

50376
1993
135

50376
1993
135

N° d'ordre : 1099

THESE

Présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour l'obtention d'un

Doctorat

Spécialité Science des matériaux

par

Corinne ULHAQ - BOUILLET

ETUDE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN
TRANSMISSION DES MECANISMES DE RELAXATION
PLASTIQUE DANS LES HETEROSTRUCTURES
GaInAs/GaAs



Soutenue le 18 mars 1993

Membres du jury :	Président	J. L. FARVACQUE
	Rapporteurs	G. FEUILLET J.P. PEYRADE
	Examineurs	A. CAPPY A. LEFEBVRE J. DI PERSIO

à Mazhar,

à ma famille.



Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (C.N.R.S. U.R.A. 234) de l'Université des Sciences et Technologies de Lille Flandres-Artois, sous la direction de Monsieur A. Lefebvre à qui je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance pour l'encadrement qu'il m'a apporté. Son aide et ses conseils m'ont été précieux pour l'aboutissement de ce travail.

Je remercie Monsieur le Professeur J. L. Farvacque, Directeur du Laboratoire de Structures et Propriétés de l'Etat Solide, qui me fait l'honneur de présider le jury d'examen.

Je suis très sensible à l'intérêt que Messieurs J. P. Peyrade (Professeur à l'INSA de Toulouse) et G. Feuillet (Ingénieur CEA, à Grenoble) ont porté à ce travail en acceptant d'être rapporteur de ce mémoire.

Je remercie également Monsieur J. Di Persio (Professeur à l'U.S.T.Lille), pour son soutien, les précieuses remarques qu'il m'a faites tout au long de ce travail et sa participation au jury.

Je suis reconnaissante à Monsieur A. Cappy (Professeur à l'U.S.T.Lille, Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord) d'avoir accepté de juger ce travail. Je remercie également Messieurs Y. Druelle (Professeur à l'Université du Littoral, I.E.M.N.), P. Win (I.E.M.N.) et Y. Cordier (L.C.R. Thomson) pour la réalisation des hétérostructures GaInAs / GaAs.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur N. Bonnet (Professeur à l'Université de Reims, INSERM U. 314.) pour le traitement des images stéréoscopiques.

Enfin, je remercie sincèrement tous ceux qui, par leurs encouragements, ont contribué à l'achèvement de ce travail.



SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I	
LES COMPOSES III-V ET LEURS HETEROSTRUCTURES	4
I. 1. Cristallographie des composés III-V	6
I. 2. Dislocations dans les composés III-V	9
I. 2. 1. Dislocations parfaites	9
I. 2. 2. Dislocations partielles	9
I. 2. 3. Mobilité des dislocations dans GaAs	12
I. 3. Hétérostructures et dislocations de désadaptation de réseau	14
I. 3. 1. Introduction	14
I. 3. 1. α . Elaboration des hétérostructures	16
I. 3. 1. β . Applications des hétérostructures	17
I. 3. 2. Contrainte induite par l'épitaxie de matériaux désadaptés	16
I. 3. 2. α . Introduction	16
I. 3. 2. β . Calcul des contraintes.....	17
I. 3. 2. γ . Application au système $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$	19
I. 3. 3. Relaxation plastique de la contrainte : notion d'épaisseur critique ...	21
I. 3. 3. α . Introduction	21
I. 3. 3. β . Les modèles statiques d'épaisseur critique.....	21
I. 3. 3. γ . Les modèles dynamiques.....	23
I. 3. 4. Dislocations α et β dans les hétérostructures	25

CHAPITRE II

TECHNIQUES EXPERIMENTALES	28
II. 1. Conditions d'étude en Microscopie Electronique en Transmission	30
II. 1. 1. Préparation des lames minces	30
II. 1. 1. α . Préparation d'échantillons amincis sur la tranche.....	30
II. 1. 1. β . Préparation de lames amincies parallèlement aux interfaces	32
II. 1. 1. γ . Amincissement ionique.....	33
II. 1. 2. Observation en microscopie électronique	33
II. 1. 2. α . Orientation des lames minces dans le microscope	33
II. 1. 2. β . Technique de diffraction en faisceau convergent	34
II. 2. Autres méthodes de caractérisation	40
II. 2. 1. Double Diffraction X	40
II. 2. 2. Topographie aux rayons X	40
II. 2. 3. Microscopie optique	41
II. 2. 4. Orientation par attaque chimique	41

CHAPITRE III

PROPAGATION ET GLISSEMENT DEVIE DES DISLOCATIONS EMERGENTES DANS LES HETEROSTRUCTURES $GA_{1-x}IN_xAS/GAAs$ ($x < 0,05$)	44
III. 1. Introduction	46
III. 2. Structures étudiées	48
III. 3. Etude des dislocations de désadaptation	51
III. 3. 1. Aspect général	51
III. 3. 2. Dislocations qui tournent à angle droit	56

III. 3. 2. α . Observations en MET	56
III. 3. 2. β . Interprétation.....	57
III. 3. 2. γ . Influence de la dissociation	70
III. 4. Interactions entre dislocations de désadaptation de réseau et dislocations émergentes	74
III. 5. Conclusion	77

CHAPITRE IV

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

($0,1 < x < 0,2$)	80
IV. 1. Introduction	82
IV. 2. Formation des dislocations coin	82
IV. 2. 1. Introduction	82
IV. 2. 2. Mise en évidence des dislocations coin dans le substrat	85
IV. 2. 2. α . Approche géométrique	85
IV. 2. 2. β . Contraste oscillant de la jonction	90
IV. 2. 3. Mécanisme de formation des dislocations coin	90
IV. 2. 4. Discussion du modèle précédent	96
IV. 2. 4. α . Comparaison avec le modèle de Fitzgerald et al.	96
IV. 2. 4. β . Influence de la dissociation	102
IV. 2. 5. Effet cathodoplastique	104
IV. 3. Multiplication des dislocations de désadaptation de réseau	106
IV. 3. 1. Introduction	106
IV. 3. 2. Mécanisme de multiplication dans le système $\text{GaInAs}/\text{GaAs}$	109
IV. 3. 3. Comparaison avec le mécanisme de multiplication du système SiGe/Si	120

IV. 4. Conclusion	121
--------------------------------	-----

CHAPITRE V

STRUCTURES METAMORPHIQUES	125
--	-----

V. 1. Introduction	127
---------------------------------	-----

V. 1. 1. Couche métamorphique $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$: définition et applications	127
---	-----

V. 1. 2. Principe de réalisation d'une couche métamorphique $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$	129
--	-----

V. 2. Caractéristiques des structures étudiées	131
---	-----

V. 2. 1. Structures tampon "marche + superréseau ou rampe étroite"	131
--	-----

V. 2. 2. Structures tampon de type "rampe graduelle épaisse"	131
--	-----

V. 3. Résultats	133
------------------------------	-----

V. 3. 1. Dislocations émergentes	134
--	-----

V. 3. 1. α . Observations en MET	134
---	-----

V. 3. 1. β . Blocage de dislocations émergentes	137
---	-----

V. 3. 2. Relaxation	141
---------------------------	-----

V. 3. 2. α . Observations microscopiques	141
---	-----

V. 3. 2. β . Détermination du taux de relaxation par diffraction en faisceau convergent	144
--	-----

V. 4. Discussion	148
-------------------------------	-----

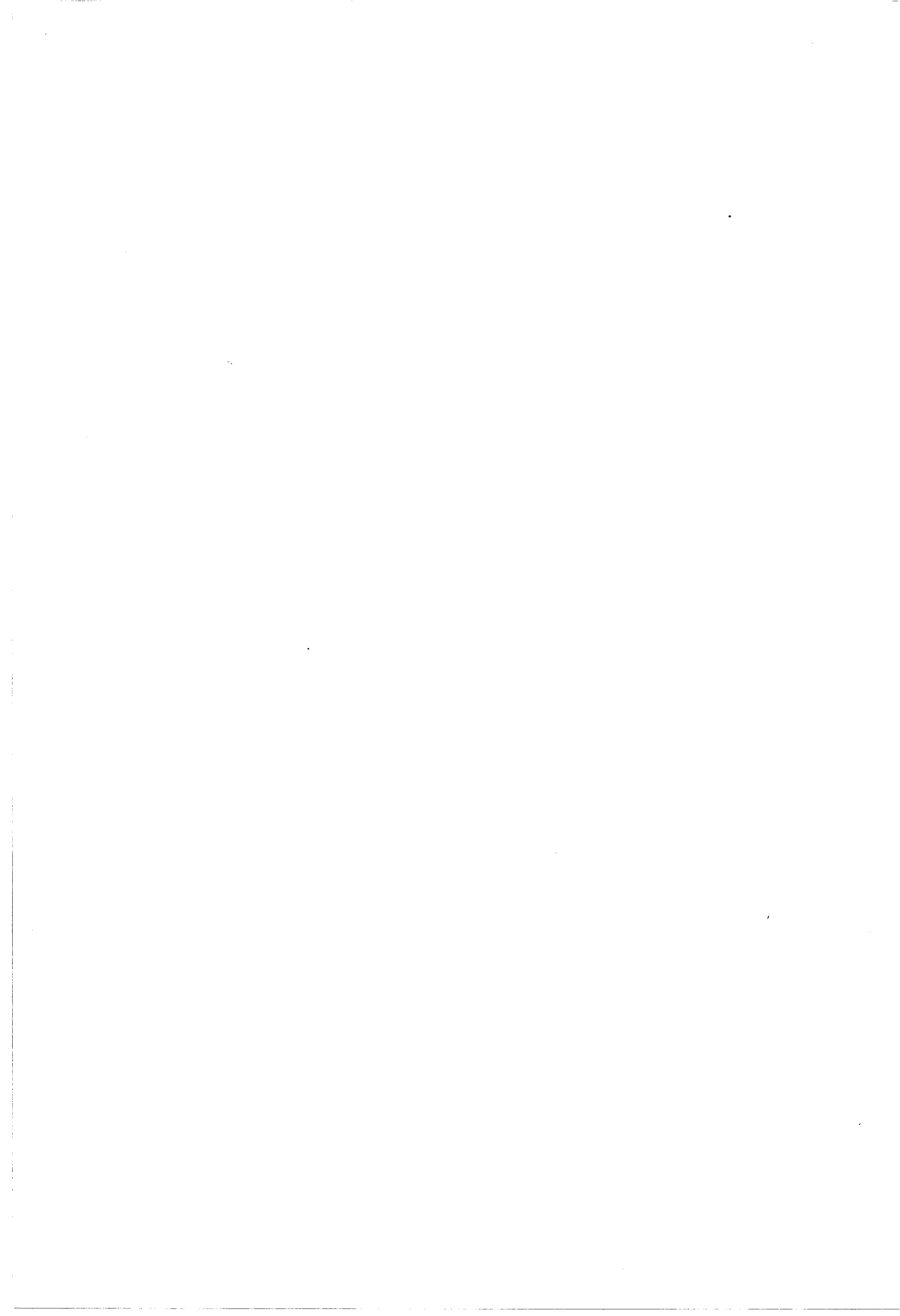
V. 4. 1. Dislocations émergentes	148
--	-----

V. 4. 2. Relaxation	149
---------------------------	-----

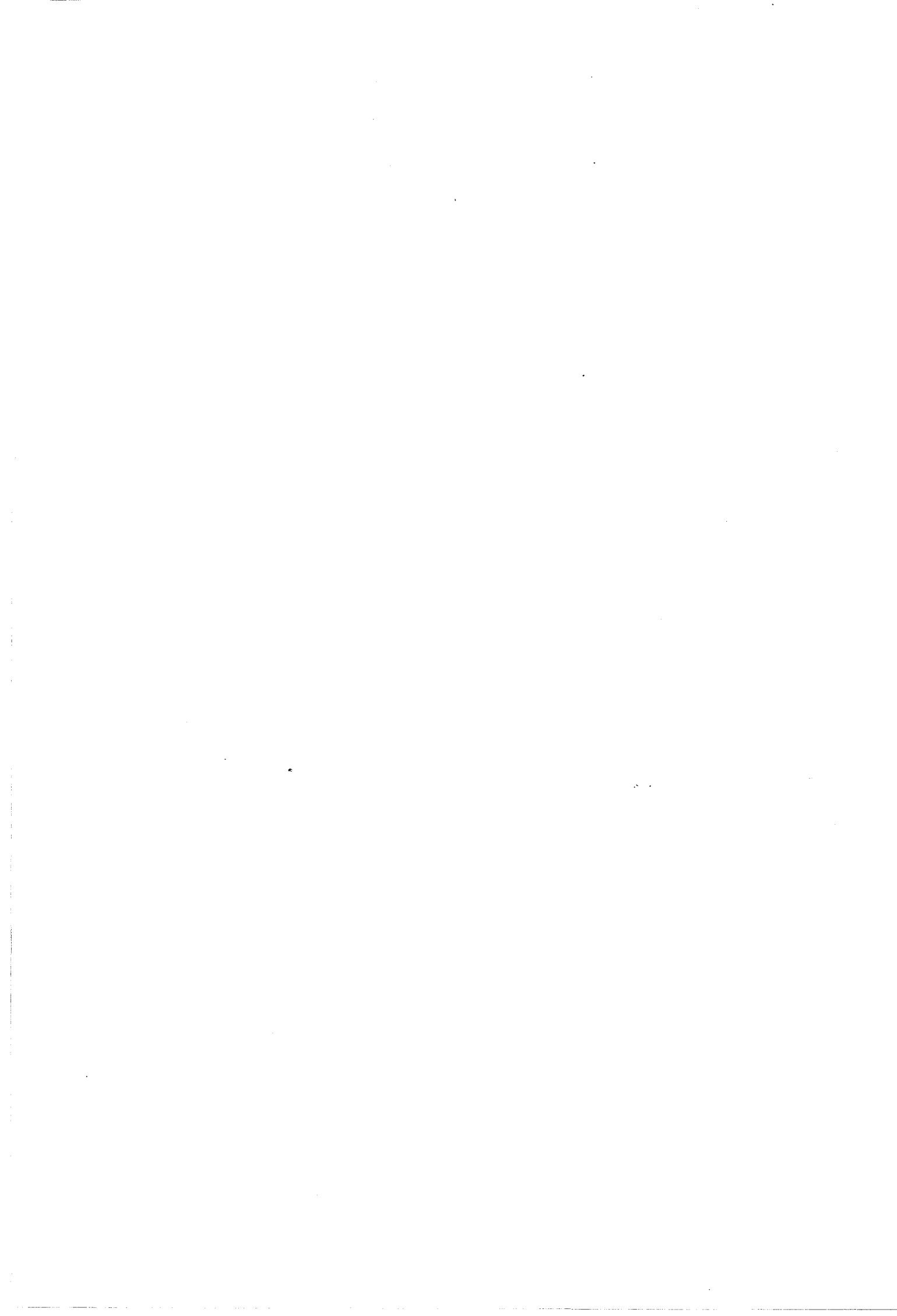
CONCLUSION 151

ANNEXE 1 154

ANNEXE 2 157



INTRODUCTION



Les matériaux III-V tels que l'arséniure de gallium et le phosphure d'indium, ainsi que leurs alliages pseudo-binaires (ternaires ou quaternaires) apparaissent aujourd'hui comme des matériaux de choix tant pour l'électronique que pour les télécommunications des années à venir. En effet, contrairement au silicium, qui reste cependant le matériau de base de l'industrie microélectronique, les matériaux III-V possèdent deux propriétés essentielles:

- * une mobilité électronique élevée permettant la réalisation de transistors dont les temps de commutation sont réduits. Ceci leur donne accès au domaine des très hautes fréquences,

- * la possibilité d'obtenir des bandes interdites de type direct permettant leur utilisation dans le domaine de l'optoélectronique.

Aux propriétés intrinsèques des matériaux III-V, s'ajoute la possibilité de former des alliages ternaires et quaternaires de compositions variables et donc de largeurs de bandes interdites variables qui, grâce aux développements des techniques de croissance épitaxiale (Epitaxie par Jets Moléculaires, Epitaxie en Phase Vapeur par la technique des Organo-Métalliques), ont conduit à la création d'une multiplicité de nouveaux composants à base d'hétérojonctions, tels que les superréseaux, les transistors à haute mobilité... .

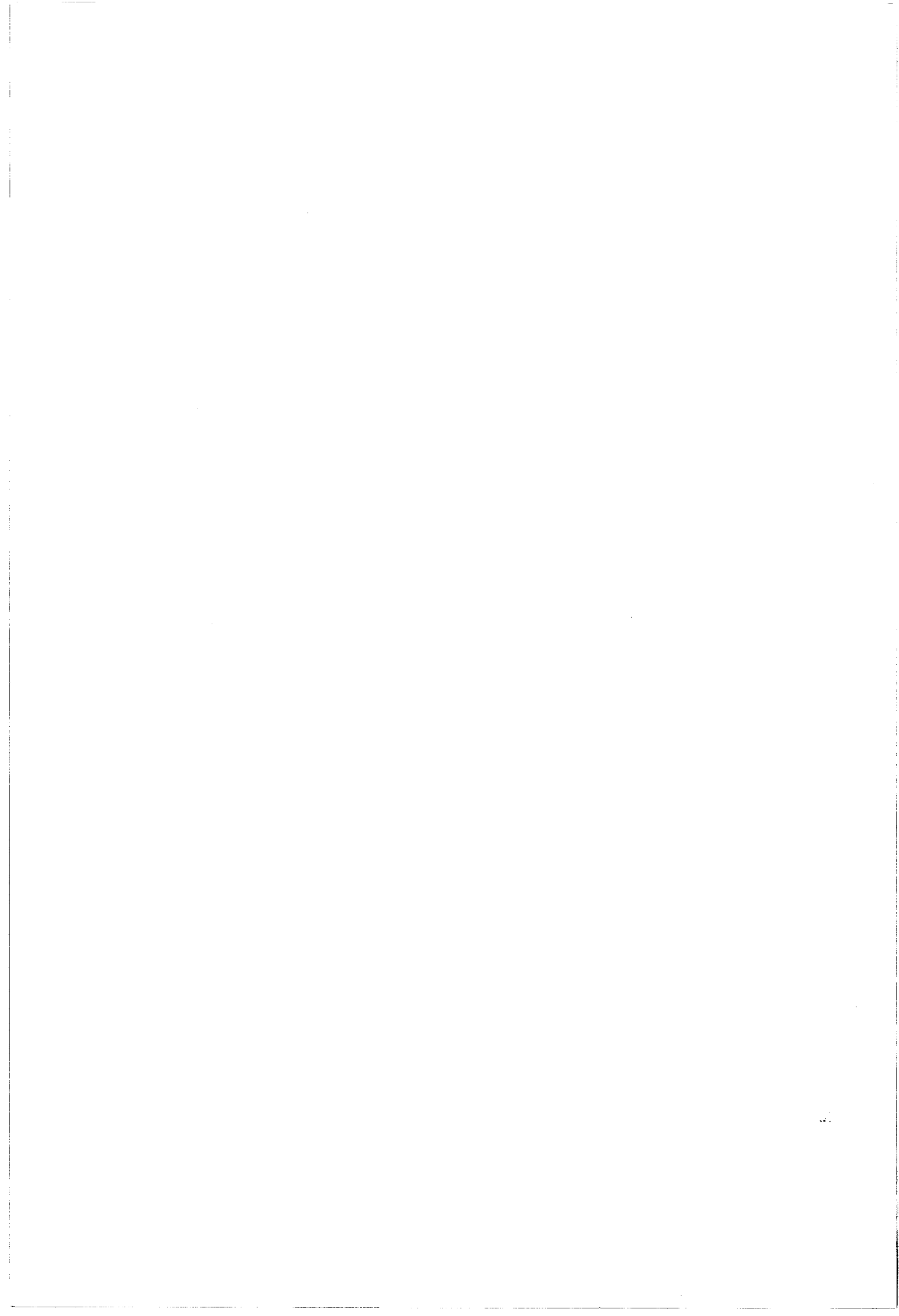
Cependant, la réalisation de certaines hétérojonctions pose encore des problèmes; les matériaux en présence possèdent dans la plupart des cas des paramètres de maille différents, ce qui induit dans les couches épitaxiées des contraintes qui peuvent être partiellement ou totalement relaxées plastiquement par la génération de dislocations de désadaptation de réseau (ou de "misfit") localisées à l'interface des deux matériaux.

Notre étude est centrée pour l'essentiel sur une analyse par Microscopie Electronique en Transmission des dislocations de "misfit" générées lors de la croissance épitaxiale du matériau ternaire $Ga_{1-x}In_xAs$ sur substrat GaAs. Le plan de la thèse est le suivant:

Nous rappelons dans le premier chapitre quelques généralités sur les composés semiconducteurs III-V et leurs hétérostructures, l'accent étant mis sur les propriétés connues des dislocations de glissement dans les matériaux binaires massifs et plus particulièrement dans l'arséniure de gallium.

Le deuxième chapitre est consacré aux techniques expérimentales.

Les résultats expérimentaux sont exposés aux chapitres III, IV et V. Le chapitre III concerne l'observation d'hétérostructures faiblement désadaptées



($\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / GaAs avec $x < 0,05$) qui a permis l'étude du stade initial de la relaxation plastique. Le chapitre IV traite des interactions entre dislocations de "misfit" dont l'analyse a été faite sur des échantillons plus fortement désadaptés ($\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / GaAs avec $0,10 < x < 0,20$). La formation des dislocations coin et la multiplication des dislocations de "misfit" y sont présentées. Enfin, le chapitre V pose le problème de la relaxation plastique totale; il traite de la réalisation de couches fortement désadaptées et totalement relaxées, appelées couches métamorphiques destinées à jouer le rôle de substrat pour de nouveaux composants exempts de contraintes et de dislocations ($\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ / GaAs avec $x > 0,20$).



CHAPITRE I

LES COMPOSES III-V ET LEURS HETEROSTRUCTURES



CHAPITRE I

LES COMPOSES III-V ET LEURS HETEROSTRUCTURES

I.1. Cristallographie des composés III-V

I.2. Dislocations dans les composés III-V

I.2.1. Dislocations parfaites

I.2.2. Dislocations partielles

I.2.3. Mobilité des dislocations dans GaAs

I.3. Hétérostructures et dislocations de désadaptation de réseau

I.3.1. Introduction

I.3.2. Contrainte induite par l'épitaxie de matériaux désadaptés

I.3.3. Relaxation plastique de la contrainte : notion d'épaisseur critique

I.3.4. Dislocations α et β dans les hétérostructures



I. 1. CRISTALLOGRAPHIE DES COMPOSES III-V

Les matériaux III-V, constitués d'un élément de la colonne III et d'un élément de la colonne V du tableau de Mendeleiev cristallisent, pour la plupart, dans la structure sphalérite, encore appelée Zinc-Blende. Le réseau est cubique à faces centrées et le motif est constitué de deux atomes: un atome trivalent noté A, par exemple en position (0, 0, 0), et un atome pentavalent noté B en position (1/4, 1/4, 1/4) (figure I.1).

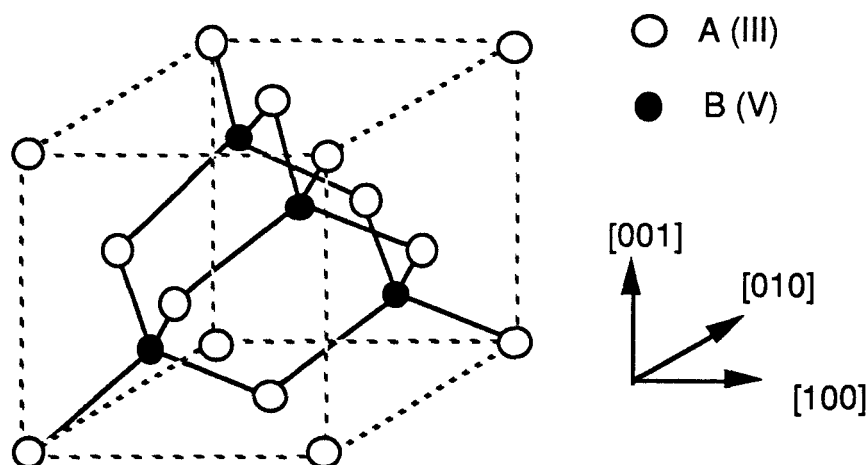


Figure I.1: Maille élémentaire de la structure sphalérite.

La structure a pour groupe d'espace $F\bar{4}3m$ et ne possède pas de centre de symétrie, ce qui la différencie de la structure diamant dans laquelle cristallisent les semi-conducteurs élémentaires tels que le silicium ou le germanium.

Les liaisons chimiques entre atomes voisins sont des combinaisons d'orbitales sp^3 , mais contrairement au cas de la structure diamant les liaisons ne sont pas purement covalentes. La différence d'affinité entre les atomes de type III et ceux de type V ajoute à la liaison un caractère ionique. Le tableau I.1 ci-dessous indique quelques grandeurs physiques du silicium, du germanium et des composés III-V les plus importants.

L'absence de centre de symétrie dans cette structure conduit à des propriétés mécaniques et électriques différentes de celles des semi-conducteurs de structure diamant. En particulier les plans $\{111\}$ ne sont pas tous équivalents. On peut remarquer sur l'empilement de plans (111) vu en projection parallèle à la direction $[1\bar{1}0]$ (figure I.2). Par convention, la direction $[111]$ positive est celle qui joint un atome A (III) à un atome B (V), soit dans le cas de GaAs l'atome de Ga à l'atome de As. Ainsi les plans (111), $(1\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}1\bar{1})$ et $(\bar{1}\bar{1}1)$, tous constitués d'atome de Ga sont cristallographiquement équivalents, de même que les plans $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ et

(111) tous constitués de As.

Cristal	Structure	a (Å) (à 300 K)	ionicité	Bande interdite (eV)	T fusion (°C)
GaAs	S	5,6534	0,310	1,43 (d)	1238
AlAs	S	5,6611	0,274	2,16 (i)	1740
InP	S	5,8687	0,421	1,35 (d)	1070
InAs	S	6,0584	0,357	0,36 (d)	943
Si	D	5,4308	0	1,12 (i)	1410
Ge	D	5,6575	0	0,66 (i)	937

Tableau I.1: Données physiques des semi-conducteurs III-V usuels

S = sphalérite, D = diamant, a = paramètre de maille, d = gap direct
et i = gap indirect.

Cette anisotropie des plans {111}, plans de glissement de la structure sphalérite, implique que des dislocations de vecteurs de Burgers opposés n'ont pas la même structure de coeur et permet donc d'expliquer les propriétés particulières des composés III-V.

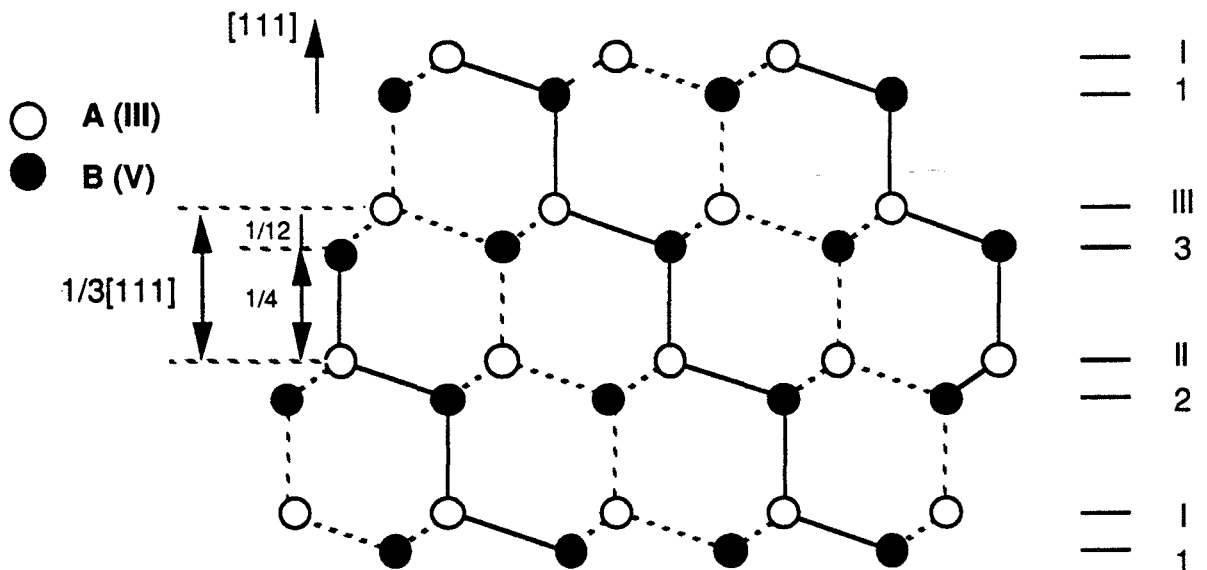
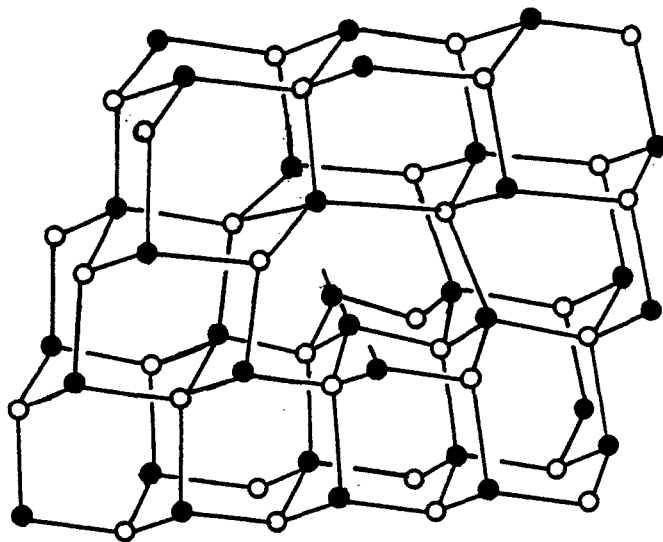
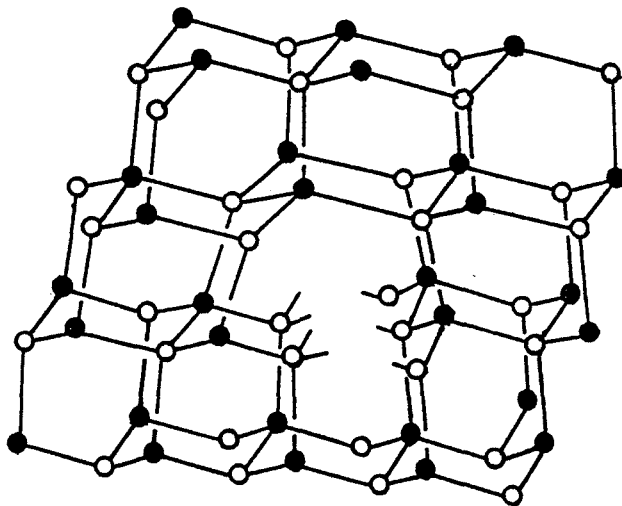


Figure I.2: Empilement des couches (111) de la structure sphalérite. Projection parallèle à la direction $[1\bar{1}0]$. La direction $[111]$ positive joint un atome A(III) à un atome B(V) immédiatement voisin.



a

● As
○ Ga



b

Figure 1.3: Projection (110) montrant le coeur d'une dislocation 60°

a - en mode "shuffle"

b - en mode "glide"

I. 2. DISLOCATIONS DANS LES COMPOSES III-V

I. 2. 1. Dislocations parfaites

Dans la structure sphalérite, les plans de glissement sont de type $\{111\}$ et les vecteurs de Burgers des dislocations parfaites sont de type $1/2 \langle 110 \rangle$.

A basse température, dans les semi-conducteurs tels que GaAs et InSb, les dislocations subissent une friction de réseau importante de telle sorte que les lignes sont situées dans les vallées de Peierls, parallèles aux directions $\langle 110 \rangle$ et ces dislocations sont donc de caractère vis ou 60° [1].

Comme il existe deux types d'équidistance entre les plans $\{111\}$, on définit deux types de glissement (figure I.2). Si le cisaillement a lieu entre deux plans proches I-1, on dit que le glissement se produit en mode "glide", par contre si le cisaillement se produit entre deux plans éloignés I-2, on dit que le glissement a lieu en mode "shuffle" [2,3].

Les composés III-V présentent deux types de dislocations à 60° se différenciant par le signe du vecteur de Burgers. Elles sont notées, suivant la convention proposée par Alexander et al. [4], α et β . Une dislocation α a son demi-plan supplémentaire terminé par une rangée d'atomes A dans le mode shuffle ou terminé par une rangée d'atomes B en mode glide. Une dislocation β a son demi-plan supplémentaire terminé par une rangée d'atomes B en mode shuffle ou terminé par une rangée d'atomes A en mode glide. Ceci peut se noter simplement de la façon suivante:

$$\alpha = A(s) = B(g)$$

$$\beta = B(s) = A(g)$$

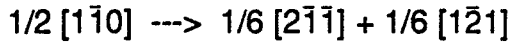
(s) correspondant au mode shuffle et (g) au mode glide.

Les structures de coeur glide et shuffle diffèrent par le nombre de liaisons pendantes. C'est ainsi que le coeur d'une dislocation de type 60° a trois liaisons pendantes par période en mode glide et n'a qu'une seule liaison pendante en mode shuffle (figure I.3).

Cette approche est généralement insuffisante. En effet, les études réalisées sur GaAs en microscopie électronique en transmission, au moyen de la technique de faisceau faible ont montré que les dislocations sont généralement dissociées [5].

I. 2. 2. Dislocations partielles

Dans les structures cubiques à faces centrées, les dislocations parfaites de vecteur de Burgers $1/2[1\bar{1}0]$ glissant dans le plan (111) se dissocient suivant la réaction:



Afin de décrire simplement les dissociations, on utilise la notation de Thompson.

On peut alors réécrire la réaction de la façon suivante (figure I.4):

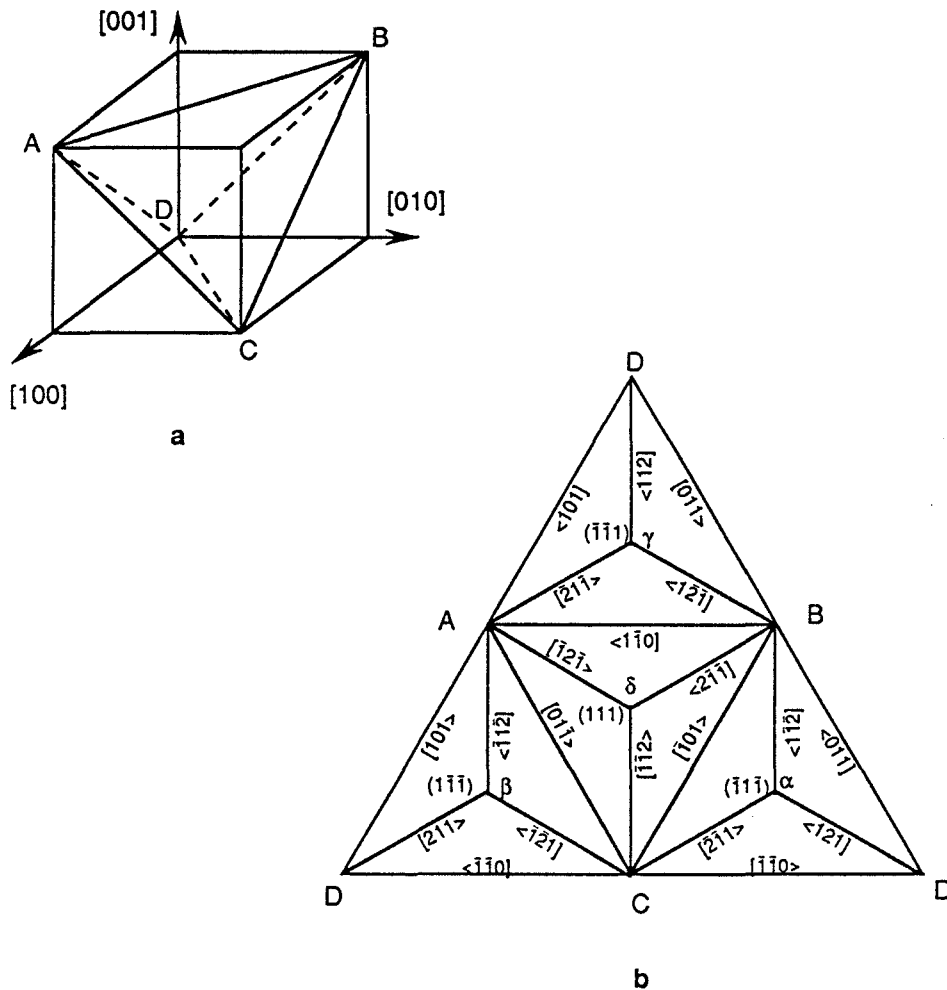
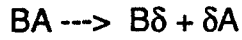


Figure I.4: a- tétraèdre de Thompson

b- Vue éclatée du tétraèdre (d'après Hirth et Lothe [3]).

Ainsi dans les composés III-V, une dislocation de type 60α (respectivement β) se dissocie en une partielle 30α (β) et une partielle 90α (β). Par contre une dislocation vis se dissocie en deux partielles de caractère différent, une partielle de type 30α et une partielle de type 30β . Ceci est représenté sur la boucle de

dislocation de la figure I.5.

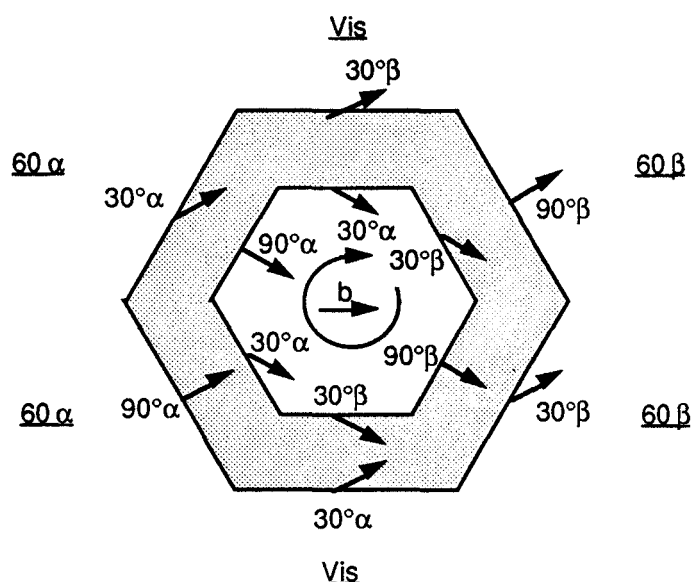


Figure I.5: Dissociation d'une boucle de dislocation parfaite hexagonale dans son plan de glissement. La zone ombrée représente la faute d'empilement.

Les dislocations partielles bordent une faute d'empilement, qui peut être intrinsèque ou extrinsèque. Si on supprime dans l'empilement des plans $\{111\}$ une bi-couche atomique III-V, on crée une faute intrinsèque (figure I.6.a); si par contre on insère une bi-couche atomique, on crée une faute extrinsèque (figure I.6.b).

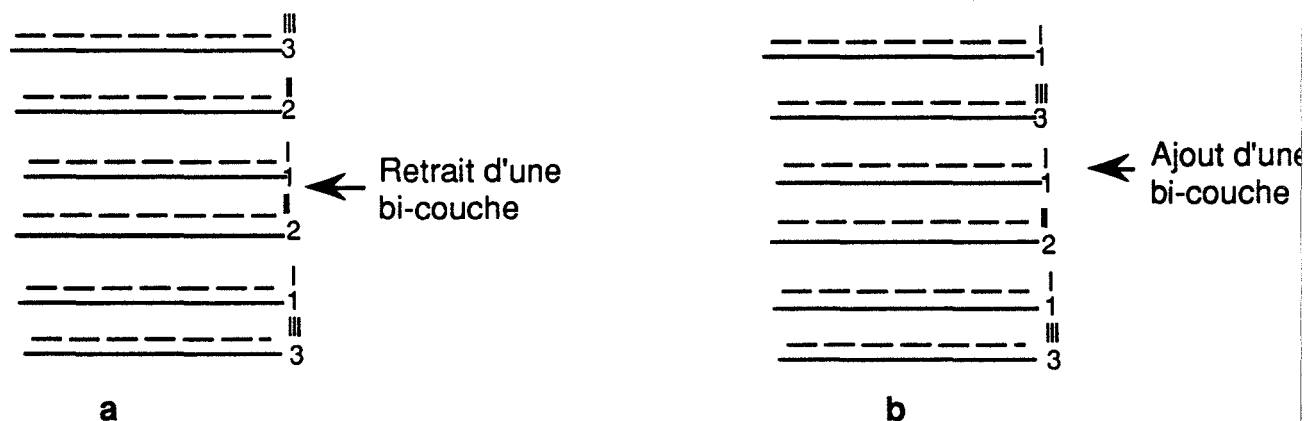


Figure I.6: Création d'une faute d'empilement de caractère :

a - intrinsèque par retrait d'une bi-couche atomique

b - extrinsèque par ajout d'une bi-couche atomique.

La nature de la faute est donnée par l'ordre des partielles la bordant [3]. Si on

regarde la dislocation de vecteur de Burgers BA dans le sens positif de la ligne et de l'extérieur du tétraèdre de Thompson, la faute d'empilement est intrinsèque (respectivement extrinsèque) si la partielle Grecque-Romaine δA se trouve à gauche (droite) de la partielle Romaine-Grecque $B\delta$ (figure 1.7).

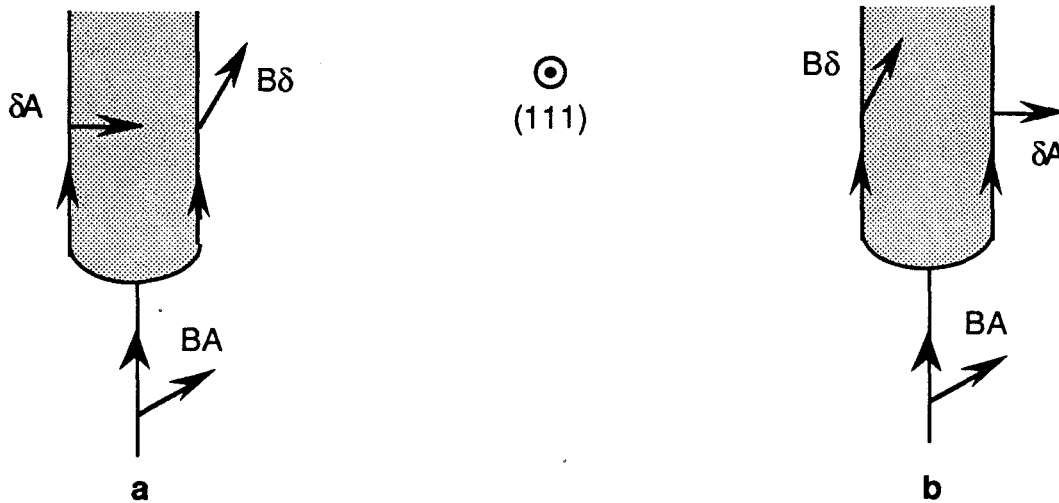


Figure 1.7: Dissociation d'une dislocation parfaite de vecteur de Burgers BA dans le plan (111)

a - faute intrinsèque

b - faute extrinsèque

Les observations faites sur GaAs montrent que les fautes sont essentiellement de nature intrinsèque.

1.2.3. Mobilité des dislocations dans GaAs

Dans les semi-conducteurs III-V où le frottement de réseau est important, il est admis que le glissement des dislocations s'effectue par nucléation et propagation de double décrochements permettant le passage de la dislocation d'une vallée de Peierls à l'autre [3].

Des essais de déformation plastique de GaAs dopé n massif, réalisés à haute température et sous faible contrainte (respectivement 400°C et quelques dizaines de MPa), ont révélé des différences de mobilité entre les dislocations 60α et les dislocations 60β ou vis, ces dernières présentant des mobilités comparables. Les dislocations α sont 100 à 1000 fois plus mobiles que les dislocations vis ou β (voir par exemple [6]). Des essais de déformation in situ en microscopie électronique en transmission (350°C , 50MPa) ont conduit au même type de résultat dans le cas de GaAs non dopé [7]. Enfin, les expériences réalisées à température ambiante et sous très forte contrainte ont également mis en évidence une plus grande mobilité

des dislocations α [8].

Le dopage influence le comportement des dislocations de la façon suivante (figure 1.8):

- le dopage n a pour effet de diminuer la mobilité de toutes les dislocations. L'effet est davantage marqué pour les dislocations vis et 60β , ce qui augmente la différence de mobilité entre les dislocations 60α et les dislocations vis ou 60β .
- au contraire le dopage de type p a pour effet de réduire les écarts entre mobilités des dislocations; pour des dopages importants (supérieurs à 10^{18} at.cm⁻³), les mobilités des dislocations α , β et vis deviennent comparables.

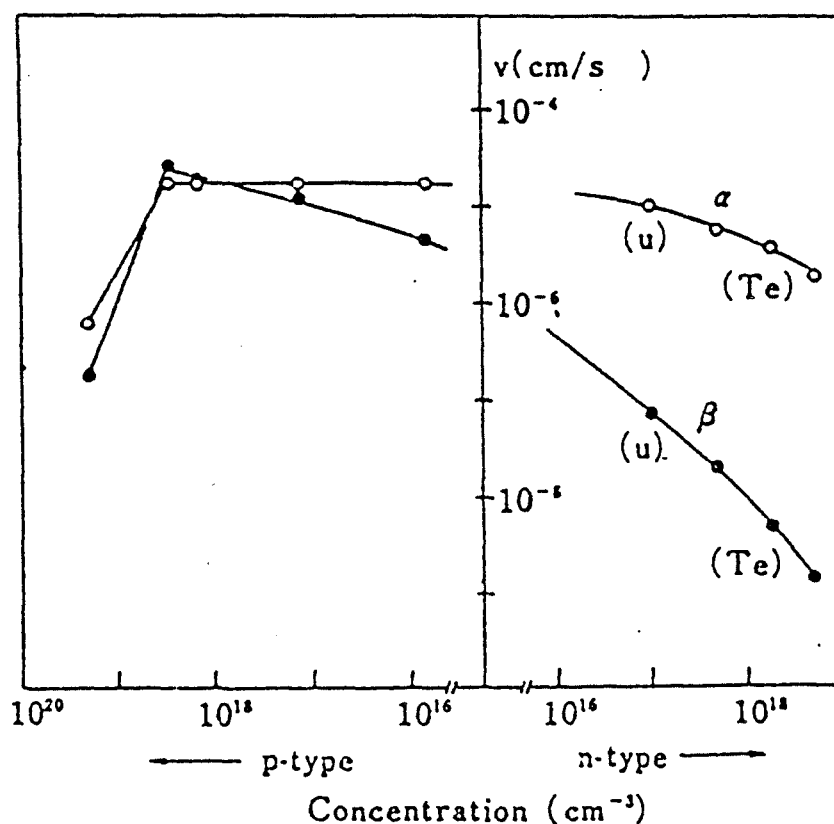


Figure 1.8: Mobilité des dislocations en fonction de la concentration des porteurs ($T = 573K$, $t = 10$ MPa); (u) : non dopé; dopant de type n : Si (sauf pour les deux points indiqués; dopage Te); dopant de type p : Zn (d'après Ninomiya [9]).

Des différences de mobilité ont été également observées dans le cas des dislocations partielles. Ninomiya [9] a tout d'abord proposé d'expliquer la grande mobilité des dislocations 60α par le fait que contrairement aux dislocations 60β et vis, ces dislocations ne possèdent pas de partielle 30β : c'est cette partielle, la moins mobile, qui donne aux parfaites 60β et vis leur faible mobilité.

Cette faible mobilité des partielles 30β dans GaAs a été également invoquée dans le cas du glissement dévié à basse température [10] : les segments vis de signes opposés d'une boucle glissile présentent un comportement différent vis à vis du glissement dévié, comportement associé à la nature 30α ou 30β de la partielle de tête.

Enfin, dans le cas de GaAs soumis à de très fortes contraintes ($\gg 100$ MPa), l'observation de fautes d'empilement étendues et de micromacles a été interprétée comme le résultat d'une mobilité plus faible des dislocations partielles 30α et 30β par rapport aux partielles 90α et 90β , aussi bien dans GaAs non dopé que dans GaAs dopé p [11].

I. 3. HETEROSTRUCTURES ET DISLOCATIONS DE DESADAPTATION DE RESEAU

I. 3. 1. Introduction

Les hétérostructures III-V sont des structures complexes composées essentiellement d'alliages ternaires ou quaternaires de compositions déterminées et élaborées en couches minces (quelques nanomètres à quelques micromètres) par épitaxies successives sur des substrats binaires épais (200 à 500 μm).

I. 3. 1. α . Elaboration des hétérostructures

Ces couches minces semi-conductrices sont déposées par des techniques d'épithaxie, majoritairement en phase vapeur; c'est à dire soit par la méthode des organométalliques (MOCVD), soit par jets moléculaires (MBE).

La croissance MOCVD se fait dans un réacteur travaillant à pression atmosphérique ou à pression réduite au moyen de réactions chimiques entre des gaz sources (triéthyl- ou triméthylgallium, triéthyl- ou triméthylindium) transportés par un gaz (mélange hydrogène-azote) au dessus du substrat chauffé.

La croissance MBE s'effectue dans un bâti travaillant sous ultra-vide. Les éléments sources sont solides, purs, contenus chacun dans une cellule chauffée dont la température règle le flux du "jet moléculaire" (molécule d' As_4 pour l'arsenic). La croissance des composés III-V, GaAs par exemple, a lieu par adsorption d'atomes de gallium et de molécules de As_4 , celles-ci étant adsorbées immédiatement après le dépôt de la couche d'atomes de type III. La vitesse de croissance est donc contrôlée par le flux d'éléments de type III.

Ces deux techniques de croissance ont des caractéristiques similaires: une vitesse

de dépôt très faible ($\sim 1\mu\text{m}$ par heure), des températures de dépôt comprises entre 450°C et 700°C .

Dans le cadre de notre étude, les hétérostructures GaInAs sur substrat GaAs ont été élaborées par MBE.

I. 3. 1. β . Applications des hétérostructures.

L'accolement de matériaux semi-conducteurs III-V différents peut être utilisé pour obtenir les propriétés spécifiques suivantes:

- dans le cas des propriétés optiques : grâce à la variété des largeurs de bande interdite (figure I.9), il est possible de réaliser des structures (laser ou détecteur) fonctionnant à des longueurs d'onde déterminées par le choix du matériau.

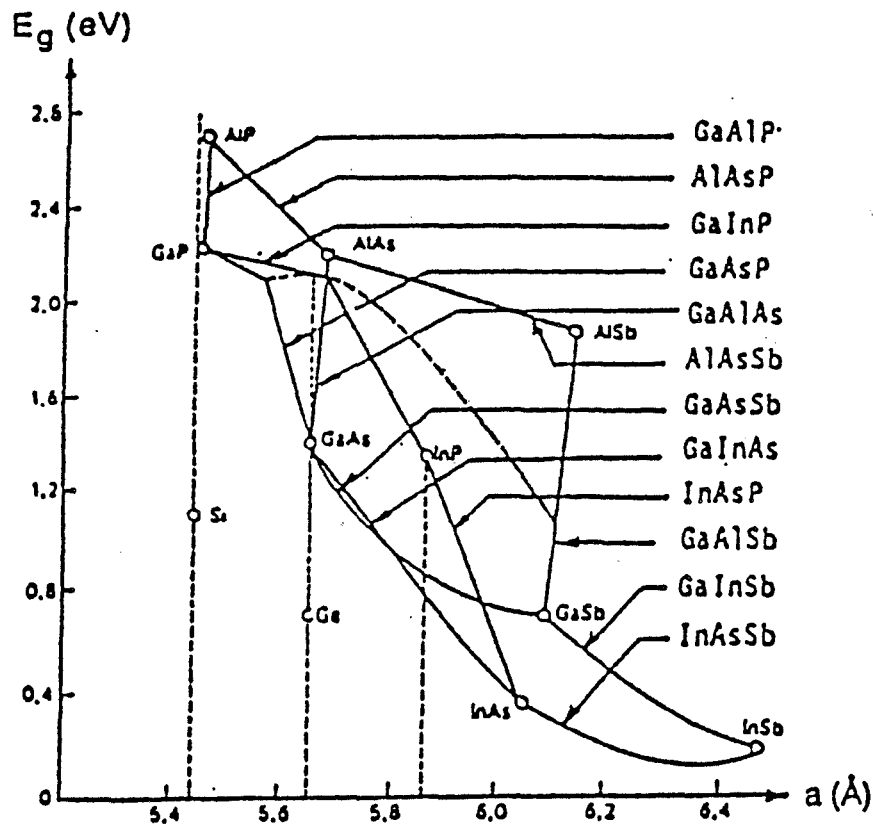


Figure I.9. : Diagramme de bande interdite E_g en fonction du paramètre de maille des composés binaires et de leurs alliages ternaires.

- dans le cas des propriétés électriques : on accole deux matériaux de largeurs de bande interdite différentes afin de créer un gaz bidimensionnel électrique dont les caractéristiques de transport sont nettement supérieures à celles du matériau massif. Ce gaz bidimensionnel est créé par la courbure des

bandes de conduction de part et d'autre de l'interface, ce qui amène la bande de conduction du matériau de plus petite bande interdite sous le niveau de Fermi (figure I.10).

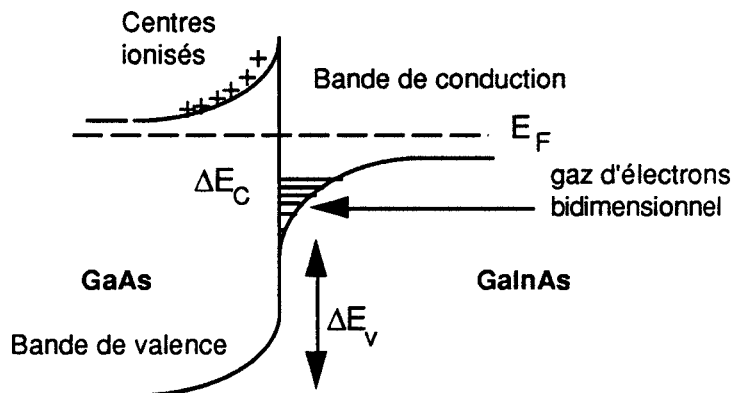


Figure I.10: Courbure de la bande de conduction à l'interface GaNAs/GaAs et formation d'un gaz bidimensionnel d'électrons.

Dans le cas de l'hétérojonction GaNAs/GaAs, la conduction s'effectue donc dans la couche de GaNAs, le substrat GaAs dopé, possédant une plus grande valeur de bande interdite, joue le rôle d'injecteur de porteurs. Les impuretés ionisantes se trouvant dans le GaAs n'interagissent pratiquement pas avec les électrons de conduction se trouvant dans le GaNAs, qui de plus possède une mobilité plus forte que celle de GaAs. Le résultat est une conduction accrue dans une zone de très faible épaisseur (de l'ordre de quelques dizaines d'angströms).

Cependant, l'accolement n'est pas toujours très facile à réaliser car les matériaux en présence ont rarement le même paramètre de maille. Cette différence de paramètre va se traduire par la présence de contraintes dans la couche épitaxiée, contraintes qui vont affecter les performances du composant final.

I. 3. 2. Contrainte induite par l'épitaxie de matériaux désadaptés

I. 3. 2.α. Introduction

Les contraintes dans une hétérostructure modifient les propriétés électriques d'une part en modifiant la largeur de bande interdite, d'autre part en induisant l'apparition de dislocations de désadaptation de réseau qui sont à l'origine de la dégradation rapide des composants opto-électroniques [12].

Ces contraintes inhérentes à la réalisation d'hétérostructures de matériaux désadaptés en paramètre de maille sont de deux types:

- Les contraintes induites par la différence entre les paramètres a_1 (pour la couche épitaxiée) et a_0 pour le substrat; on définit alors le désaccord paramétrique de la façon suivante:

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{a_1 - a_0}{a_1}$$

- Les contraintes d'origine thermique; elles proviennent de la différence de coefficient de dilatation de la couche épitaxiée et du substrat. Cette différence entraîne de la même façon, lors du refroidissement de la structure, un désaccord paramétrique; le calcul des contraintes dans ce cas peut donc être traité de la même façon que précédemment.

I. 3. 2. β . Calcul des contraintes

Les bases du calcul des contraintes de désadaptation reposent sur l'application de l'élasticité linéaire aux hétérostructures; on utilise simplement la loi de Hooke reliant les déformations et les contraintes. En particulier, les valeurs des constantes élastiques du matériau en couche mince sont prises identiques à celles du matériau massif correspondant.

Le calcul repose sur l'hypothèse selon laquelle le substrat (d'épaisseur t_0 environ 10^3 fois supérieure à l'épaisseur t_1 de la couche) impose son paramètre de maille à la couche épitaxiée dans le plan d'interface. Le processus d'épitaxie de la couche mince est décomposé de la façon suivante:

1. Le substrat et la couche sont considérés chacun dans leur état relaxé (figure I.11.a).

2. On applique une force F sur la couche de manière à ce que son paramètre de maille dans le plan d'interface soit identique à celui du substrat (figure I.11.b).

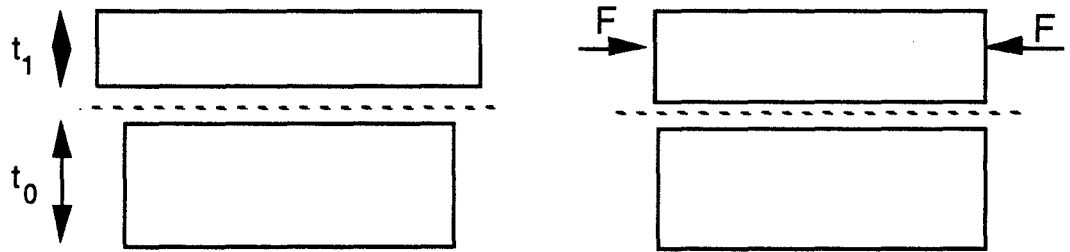
3. Le substrat et la couche sont accolés et la force F relâchée. Pour maintenir la cohérence entre la couche et le substrat, la structure se courbe et prend un état d'équilibre pour lequel la résultante des forces sur l'hétérostructure et le moment résultant sont nuls (figure I.11.c).

Les expressions présentées ci-dessous se réfèrent au système de coordonnées de la figure I.12, l'origine du repère étant prise au centre du substrat. La contrainte totale étant supposée plane et uniforme, le tenseur des contraintes se réduit au deux éléments diagonaux σ_{xx} et σ_{yy} qui ne dépendent que de la variable z . Par contre, le tenseur des déformations présente les trois composantes diagonales ϵ_{xx} , ϵ_{yy} et ϵ_{zz} , cette dernière composante représentant la tétragonalisation de la maille [13].

Les contraintes ont pour expression :

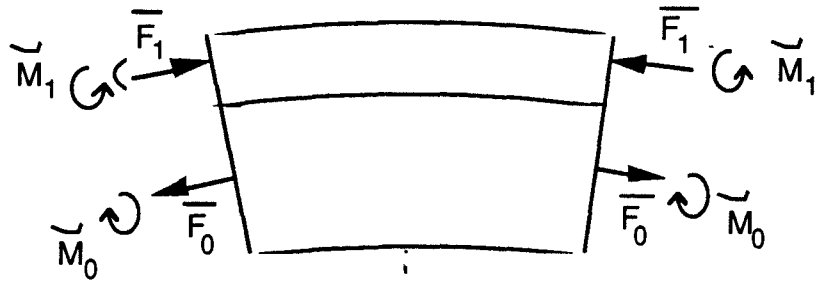
- dans la couche :

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



a

b



R

$$\begin{aligned} \overline{F_0} + \overline{F_1} &= 0 \\ \widetilde{M_0} + \widetilde{M_1} &= 0 \end{aligned}$$

c

Figure 1.11: Principe du modèle dit "statique" du calcul des contraintes dans une hétérostructure.

- dans le substrat :

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

avec

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

où les indices 0 et 1 ici et dans ce qui suit se rapportent respectivement au substrat

et à la couche,

E est le module de Young,

ν est le coefficient de Poisson et

R le rayon de courbure de l'hétérostructure qui est déterminé par l'annulation du moment résultant appliqué à la structure [13].

Les contraintes thermiques sont calculées en remplaçant le désaccord $(\frac{\Delta a}{a})$ par $\Delta\alpha\Delta T$, où ΔT représente la variation de température lors du refroidissement de la structure à partir de la température de croissance et $\Delta\alpha$ représente la variation de coefficient de dilatation entre la couche et le substrat.

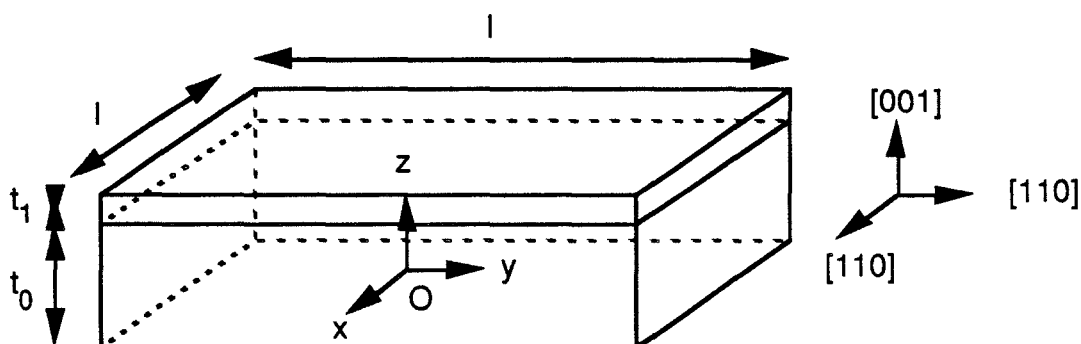


Figure 1.12.: Position des axes de référence par rapport aux directions cristallographiques du cristal.

I. 3. 2. γ . Application au système GaInAs/GaAs

On admet que le paramètre de maille, les constantes élastiques et le coefficient de dilatation thermique du composé ternaire $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ peuvent être obtenus par extrapolation linéaire à partir de ceux des composés binaires (GaAs et InAs) au moyen de la loi de Vegard.

Les échantillons étudiés dans les chapitres III et IV possèdent un taux d'indium inférieur à 20%. Nous allons donc calculer, à titre d'exemple, les contraintes dans ce cas limite.

Le paramètre de maille de $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}$ noté $a_1(x)$ est donné par la relation:

$$a_1(x) = 5,6534 + 0,405 x \text{ (en \AA)}.$$

Pour un taux d'indium de 20%, $a_1(0,2) = 5,7344 \text{ \AA}$, ce qui correspond à un désaccord $(\frac{\Delta a}{a})$ de 1,4%

Le tableau 1.2 donne les valeurs des constantes élastiques isotropes de GaAs, InAs et $\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{As}$.

Composé	E (MPa)	ν	$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$ (MPa)	$\frac{E}{(1-\nu)}$ (MPa)
GaAs	85261	0,31	32500	123566
InAs	51420	0,35	19044	79107
Ga _{0,8} In _{0,2} As	78493	0,32	29809	114674

Tableau 1.2: Constantes élastiques isotropes des alliages binaires GaAs et InAs et du composé Ga_{0,8}In_{0,2}As d'après [14]; μ représente le module de cisaillement.

La contrainte dans une couche Ga_{1-x}In_xAs épitaxiée sur un substrat de GaAs a été calculée en fonction du taux d'indium en tenant compte ou non de la courbure de la structure [13]; l'effet de cette courbure est d'autant plus important que le taux d'indium est élevé : cependant pour $x = 0,2$, la correction due à la courbure n'est que de 1 %. Cet effet sera donc négligé par la suite. Les expressions deviennent alors:

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

L'épaisseur des couches épitaxiées étant en moyenne de 300 nm et l'épaisseur du substrat de 350 μm , le rapport $\frac{t_1}{t_0}$ est inférieur à 10^{-3} . On a également:

$$\left(\frac{E}{1-\nu} \right)_1 \left(\frac{E}{1-\nu} \right)_0^{-1} < 1$$

et $\frac{a_0}{a_1} < 1$ (couche en compression)

Le dénominateur est alors égal à 1 à 10^{-3} près.

Finalement on peut écrire les contraintes existantes dans la couche et le substrat sous la forme simplifiée suivante:

$$\sigma_{xx}^1(z) = \sigma_{xx}^1 = \left(\frac{E}{1-\nu} \right)_1 \frac{a_0 - a_1}{a_1} \quad \text{dans la couche épitaxiée et}$$

$$\sigma_{xx}^0(z) = \sigma_{xx}^0 = - \frac{t_1}{t_0} \sigma_{xx}^1 \quad \text{dans le substrat}$$

Ces expressions conduisent à une contrainte de l'ordre de 1600 MPa dans la

couche épitaxiée $\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{As}$ et de 1,4 MPa dans le substrat.

L'évaluation de la contrainte thermique dans l'hétérostructure GaInAs/GaAs peut être réalisée avec les valeurs du tableau I.3.

Composé	GaAs	InAs	$\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{As}$
α ($10^{-6} / \text{K}$)	6,6	5,2	6,3

Tableau I.3: Coefficients de dilatation thermique de GaAs, InAs et $\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{As}$ d'après [14].

Avec une température de croissance de 550°C et une variation de coefficient de dilatation $\Delta\alpha$ de $0,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, on trouve une contrainte d'origine thermique dans la couche épitaxiée de 18,5 MPa négligeable devant la contrainte due à la désadaptation (1600 MPa).

I. 3. 3. Relaxation plastique de la contrainte: notion d'épaisseur critique

I. 3. 3. α . Introduction

Lorsque la couche épitaxiée reste parfaitement contrainte, on dit qu'on a réalisé une couche pseudomorphique; dans ce cas la maille du matériau épitaxié est tétragonale (figure I.13.b). Cependant, la croissance d'un matériau parfaitement contraint ne peut se faire que sur une épaisseur inférieure à une épaisseur dite "critique", fonction du désaccord paramétrique et de la température. Au delà de cette épaisseur, l'énergie emmagasinée dans la couche devient trop importante et des dislocations de désadaptation de réseau (DDR) apparaissent à l'interface entre la couche et le substrat (figure I.13.c). Lorsque la relaxation plastique de la couche mince est totale, c'est à dire lorsque son paramètre cristallin est identique à celui du matériau massif correspondant, on dit que la couche réalisée est métamorphique.

I. 3. 3. β . Les modèles statiques d'épaisseur critique

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

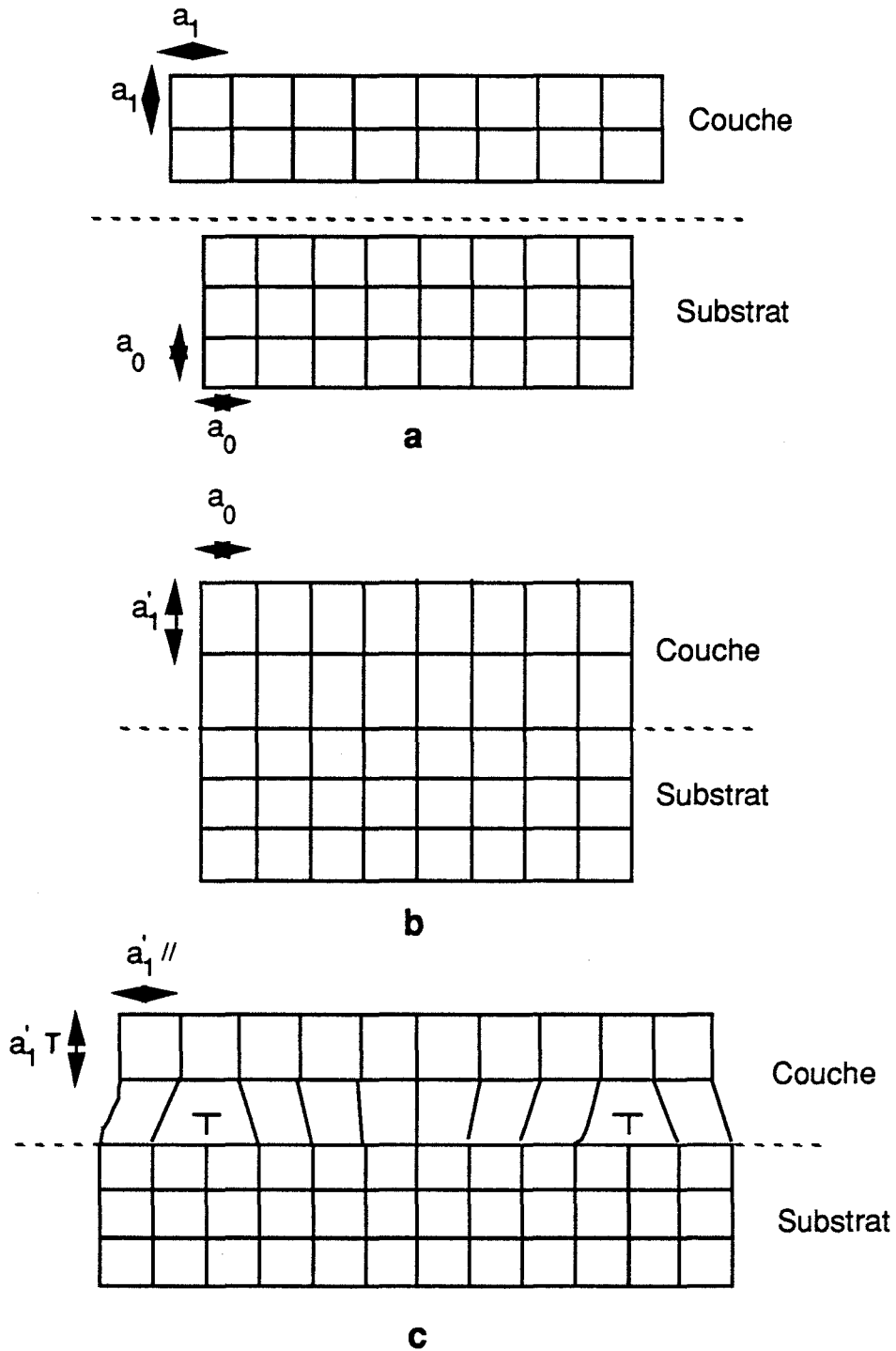


Figure I.13: Epitaxie d'un matériau de paramètre a_1 sur un substrat de paramètre $a_0 < a_1$ (couche en compression)

a - Avant épitaxie

b - Structure parfaitement contrainte; la cohérence de l'interface entraîne une déformation tétragonale de la maille de la couche.

c - Introduction de dislocations de "misfit" pour relaxer plastiquement une partie de la contrainte.

réseau ne sont pas pris en compte.

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

- L'énergie élastique E_e qui résulte de la désadaptation et qui est emmagasinée dans la couche.

- L'énergie d'interface E_D qui est l'énergie d'une dislocation ou d'un réseau de dislocations localisé à l'interface.

A ce niveau, deux types d'approche ont été proposés :

- * La première approche consiste à comparer les deux énergies citées ci-dessus. Le début de la relaxation a lieu lorsque l'énergie élastique emmagasinée devient supérieure à l'énergie d'interface. Cette approche a été retenue par Van der Merwe [15] et par People et Bean [16].

- * La seconde approche faite par Matthews [17] consiste à minimiser l'énergie totale de la structure.

Les résultats obtenus expérimentalement sont généralement en désaccord avec les modèles proposés. L'origine de ce désaccord est la présence de forces de Peierls importantes, notamment dans les matériaux à structure sphalérite ou diamant. De plus ces modèles ne prennent pas en compte les différents paramètres intervenant dans la formation même de la dislocation de désadaptation de réseau, à savoir la nucléation et le glissement de celle-ci jusqu'à l'interface.

I. 3. 3. γ Les modèles dynamiques

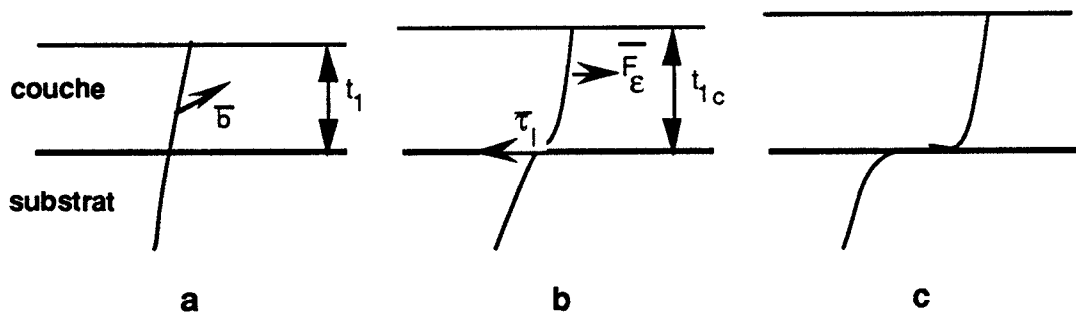


Figure I.14: Formation d'une dislocation de désadaptation de réseau à partir d'une dislocation de croissance dans la couche.

a - Réplique de la dislocation du substrat lors de la croissance de la couche; $t_1 < t_{1c}$

b- A l'épaisseur critique t_{1c} , la force de Peach et Koehler compense exactement la tension de ligne.

c- Lorsque $t_1 > t_{1c}$, le segment de "misfit" s'allonge.

Matthews a également développé des modèles qui rendent compte de la formation des dislocations de désadaptation de réseau (ou dislocations de "misfit"). Dans le premier modèle, les dislocations de "misfit" sont obtenues à partir de dislocations préexistantes dans le substrat. Ces dislocations sont répliquées lors de la croissance de la couche désadaptée et se courbent dans l'interface sous l'effet de la force provenant de la désadaptation lorsque cette dernière est supérieure à la tension de ligne de la dislocation (figure I.14) [17]. L'épaisseur critique est obtenue lorsque ces deux forces agissant sur la dislocation sont de même valeur.

Dans cette configuration (figure I.14.c), la force de Peach et Koehler F_E , résultant de la désadaptation tend à faire glisser la dislocation en créant un segment de "misfit". Cette force vaut en module [17]:

$$F_E = \frac{2\mu_1 (1 + \nu_1)}{1 - \nu_1} t_1 \cos \lambda b f$$

où b est le module du vecteur de Burgers de la dislocation; λ est l'angle entre la direction de glissement et la direction du plan d'interface qui est perpendiculaire à l'intersection du plan de glissement avec l'interface; f est le désaccord paramétrique ($f = \frac{\Delta a}{a}$).

La tension de ligne qui s'oppose à l'allongement de la dislocation s'exprime simplement:

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

L'épaisseur critique est liée au désaccord paramétrique f de la façon suivante:

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

Ce mécanisme de formation de dislocation de "misfit" a été observé en topographie aux rayons X dans le système GaAlAsP/GaAs par Petroff et Sauvage [18] ainsi que dans le système GaInAs/GaAs par Green et al. [19].

D'autres modèles ont été proposés. La dislocation de "misfit" est dans ce cas introduite à partir d'une demi-boucle de surface qui se développe jusque l'interface sous l'effet de la contrainte de désadaptation. Le calcul de l'épaisseur critique est basé sur la minimisation de l'énergie totale du système (couche contrainte + demi-boucle). Ce type de modèle a été proposé, d'une part par Matthews dans le cas de dislocations parfaites [20] et d'autre part par Marée et al. avec l'hypothèse supplémentaire que la demi-boucle est dissociée [21]. Tous ces modèles ne

conduisant pas à des résultats très différents de ceux obtenus avec l'expression de t_{1c} donnée ci-dessus, c'est cette dernière que nous utiliserons par la suite.

Cette présentation n'est pas exhaustive; une revue plus complète et plus détaillée peut être trouvée dans la thèse de C. Herbeaux [13].

1. 3. 4. Dislocations α et β dans les hétérostructures

La figure 1.15 montre la correspondance existant entre le caractère α (ou β) d'une dislocation et l'orientation du demi-plan supplémentaire de cette dislocation par rapport aux normales orientées du type $\{111\}$:

Lorsque le demi-plan est orienté dans le même sens que la normale $[111]$, la dislocation est de type β (c'est également vrai pour les normales $[\bar{1}\bar{1}1]$, $[\bar{1}1\bar{1}]$ et $[1\bar{1}\bar{1}]$ qui lui sont cristallographiquement équivalentes). Inversement, la dislocation est de type α lorsque le demi-plan supplémentaire est orienté dans le même sens que la normale $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ (ou $[\bar{1}11]$, $[1\bar{1}1]$ et $[11\bar{1}]$ qui lui sont cristallographiquement équivalentes).

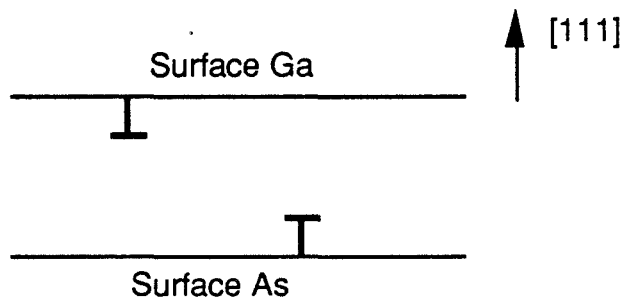


Figure 1.15: Détermination du caractère α (ou β) d'une dislocation à partir de l'orientation de son demi-plan supplémentaire dans la structure sphalérite.

Une fois fixé le sens de ligne d'une dislocation, il suffit donc de connaître le signe du vecteur de Burgers pour déduire l'orientation du demi-plan supplémentaire et par conséquent le caractère α (ou β) de cette dislocation. Ceci a été réalisé dans le cas de l'hétérostructure $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$: les dislocations de désadaptation de réseau ayant toutes leur demi-plan supplémentaire dirigé vers le substrat, elles participent à la relaxation des contraintes de la couche épitaxiée qui est en compression [22].

Dans ces conditions, les dislocations parallèles à $[1\bar{1}0]$ glissiles dans les plans de

normale $\pm[11\bar{1}]$ et $\pm[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ ont leur demi-plan supplémentaire orienté dans le même sens que les normales $[11\bar{1}]$ et $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ (figure I.16.a) : Ce sont donc des dislocations α . Inversement, les dislocations parallèles à la direction $[110]$ sont des dislocations β (figures I.16.b).

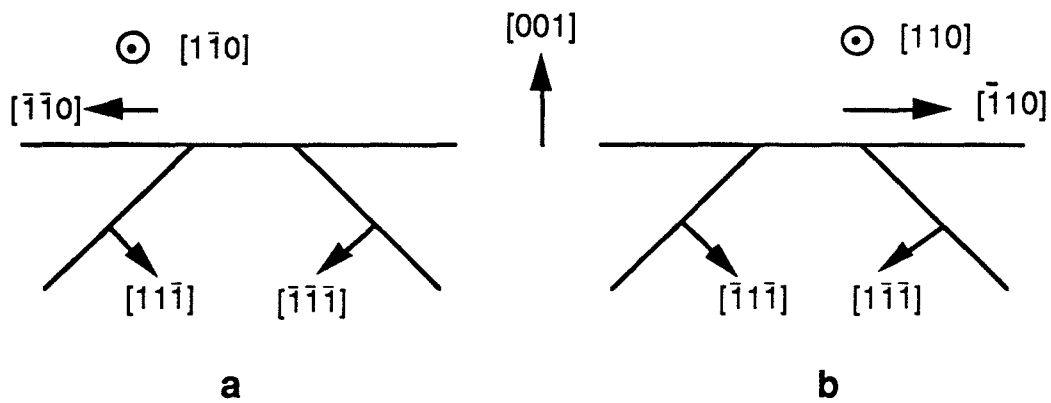
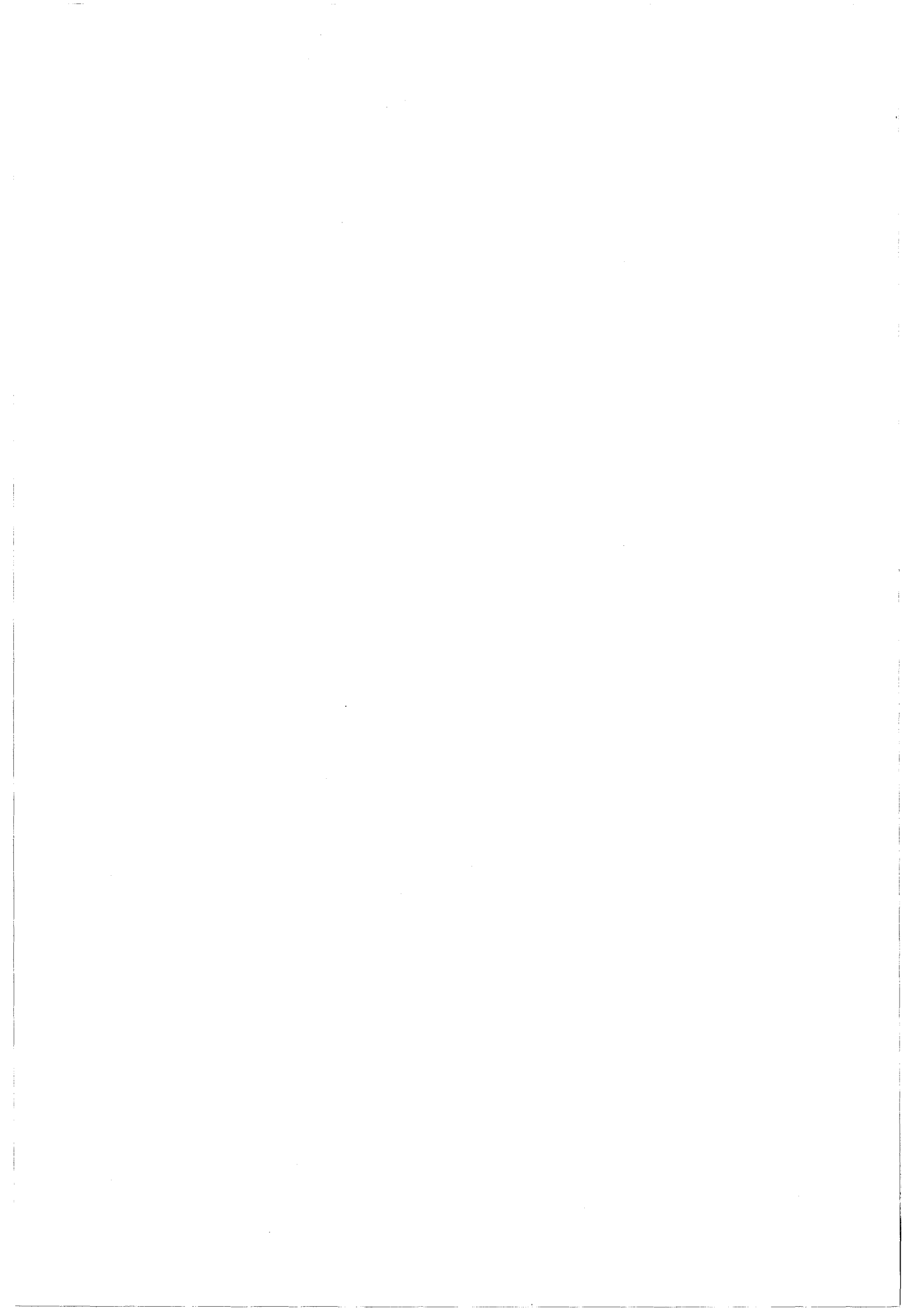


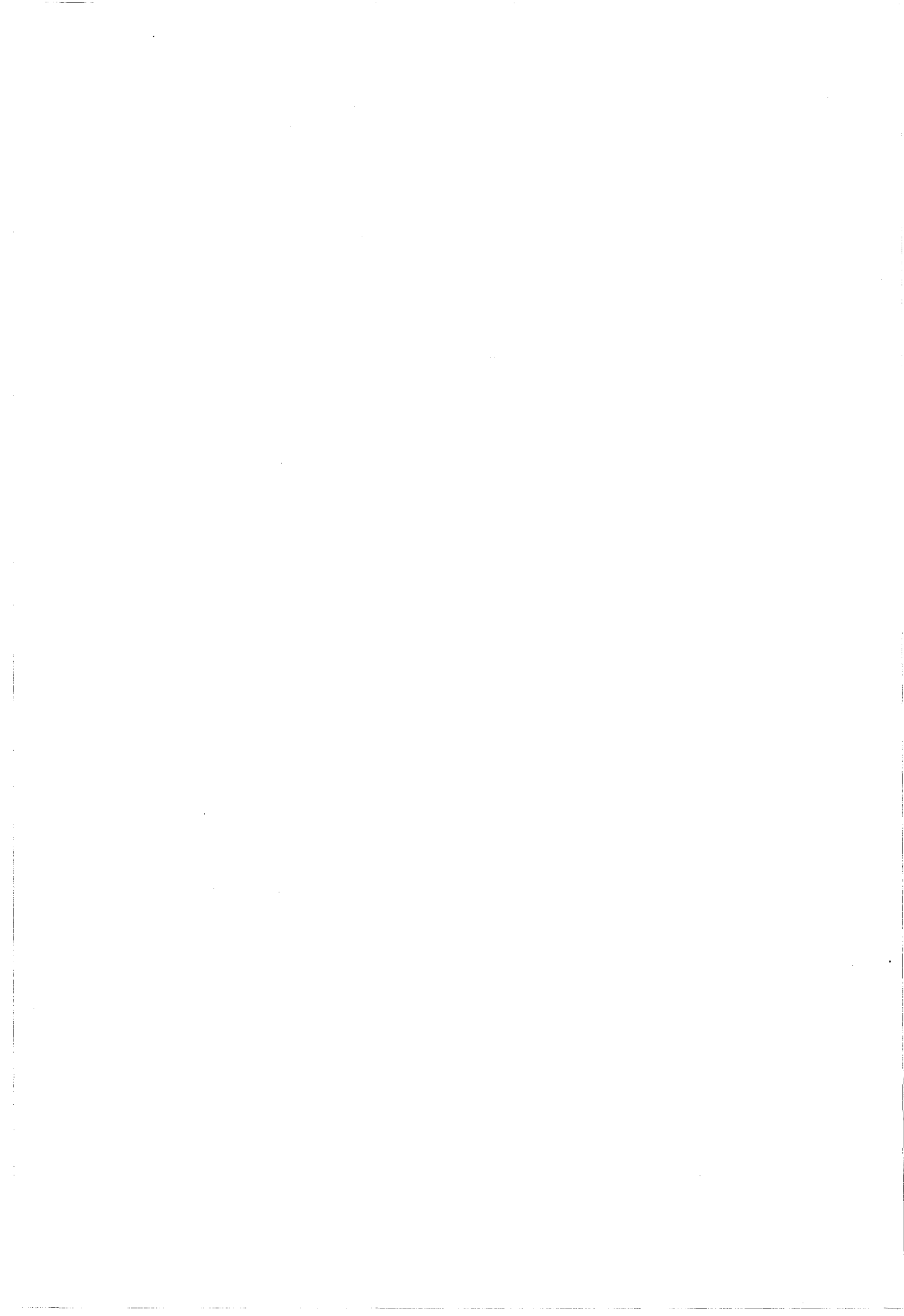
Figure I.16 : Détermination du caractère α (ou β) d'une dislocation de désadaptation de réseau dans une hétérostructure dont la couche est en compression.

- a - Les dislocations parallèles à $[1\bar{1}0]$ sont de type α
- b - Les dislocations parallèles à $[110]$ sont de type β .



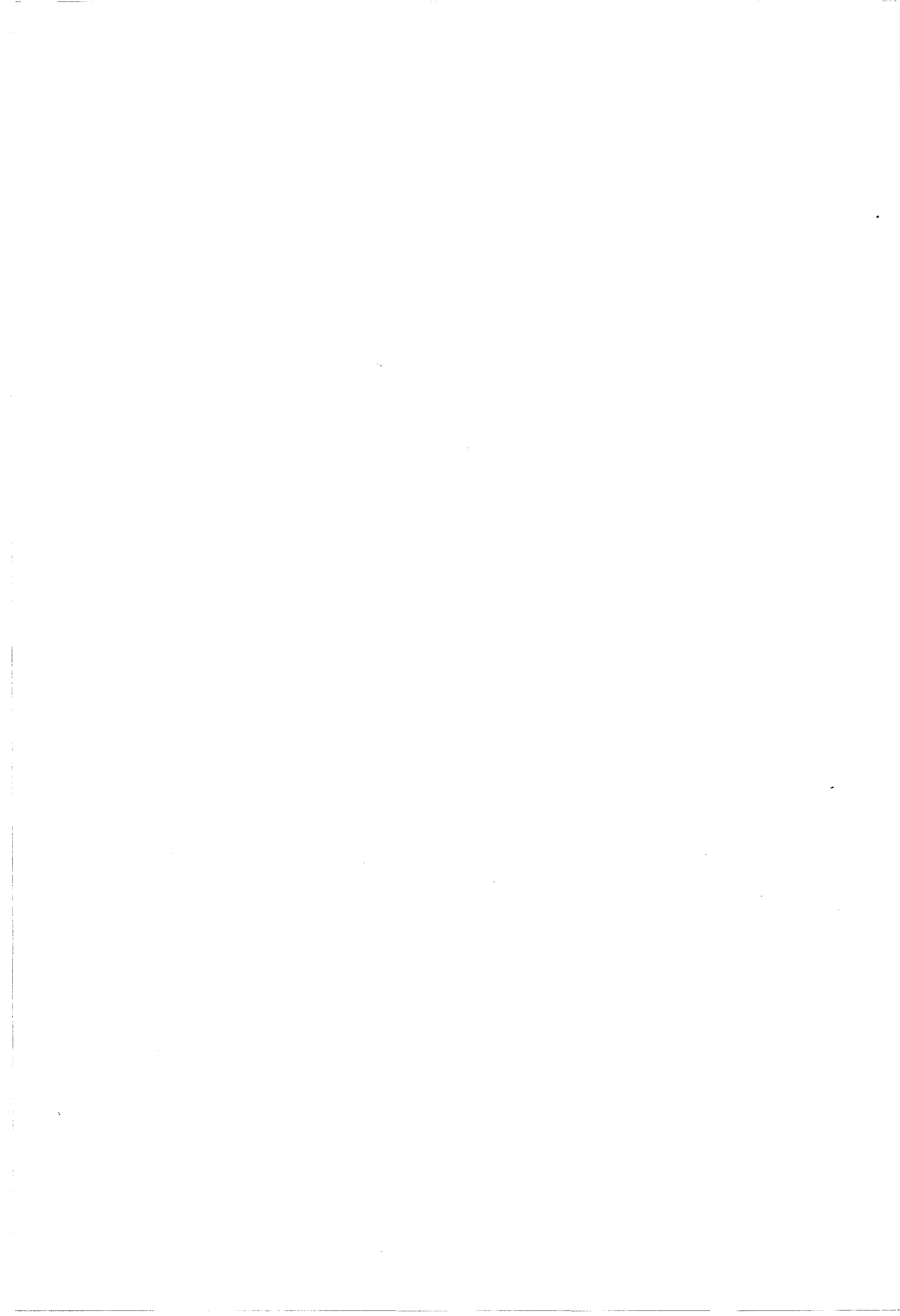
Références du chapitre I

- [1] M. Karmouda, Thèse de 3ème cycle, Université de Lille (1984).
- [2] J. Hornstra, *J. Phys. Chem. Solids* **5**, 129 (1958).
- [3] J. P. Hirth et J. Lothe, *Theory of dislocations*, Mc. Graw Hill (1968).
- [4] H. Alexander, P. Haasen, R. Labusch and W. Schroter, *J. Phys. C6*, **40** (1979)-Introduction.
- [5] H. Gottschalk, G. Patzer and H. Alexander, *Phys. Stat. Sol. (a)* **45**, 207 (1978).
- [6] S.K. Choi, M. Mihara and T. Ninomiya, *Jap. J. Appl. Phys.*, **16**, 737 (1977).
- [7] D. Caillard, N. Clément, A. Couret, Y. Androussi, A. Lefebvre and G. Vanderschaeve, *Microscopy of Semiconducting Materials*, *Inst. Phys. Conf.* **87**, 361 (1987).
- [8] A. Lefebvre, P. François and J. Di Persio, *J. Phys. Lett.* **46**, 1023 (1985).
- [9] T. Ninomiya, *J. Phys.*, Colloque C6, **40**, 143 (1979).
- [10] J. Rabier et P. Boivin, *Phil. Mag.* **A61**, 673 (1990)
- [11] Y. Androussi, G. Vanderschaeve et A. Lefebvre, *Phil. Mag.* **A59**, 1189 (1989).
- [12] P. M. Petroff et R. L. Hartman, *Appl. Phys. Lett.* **23**, 469 (1973).
- [13] C. Herbeaux, Thèse de 3ème cycle, Université de Lille (1990).
- [14] S. Adachi, *J. Appl. Phys.* **53**, 8775 (1982).
- [15] F. C. Frank et J. H. Van der Merve, *Proc. Roy. Soc. London A*, **198**, 205 (1949).
- [16] R. People et J. C. Bean, *Appl. Phys. Lett.* **47**, 322 (1985).
- [17] J. W. Matthews, *J. Vac. Sci. Technol.* **12**, 126 (1975).
- [18] J.F. Petroff and M. Sauvage, *J. Cryst. Growth* **43**, 628 (1978).
- [19] G. S. Green, B. K. Tanner, S. J. Barnett, M. Emeny, A. D. Pitt, C. R. Whitehouse and G. F. Clark, *Phil. Mag. Lett.*, **62**, 131 (1990).
- [20] J. W. Matthews, in *Epitaxial Growth*, Edited by J. W. Matthews, Academic Press New York, Part B, chap. 8 (1975).
- [21] P. J. M. Marée, J. C. Barbour, J. F. Van der Veen, K. L. Kavanagh, C. W. T. Bulle-Lieuwma and M. P. A. Vieggers, *J. Appl. Phys.* **62**, 4413 (1987).
- [22] C. Herbeaux, J. Di Persio et A. Lefebvre, *Phil. Mag. Lett.* **59**, 243 (1989).



CHAPITRE II

TECHNIQUES EXPERIMENTALES



CHAPITRE II

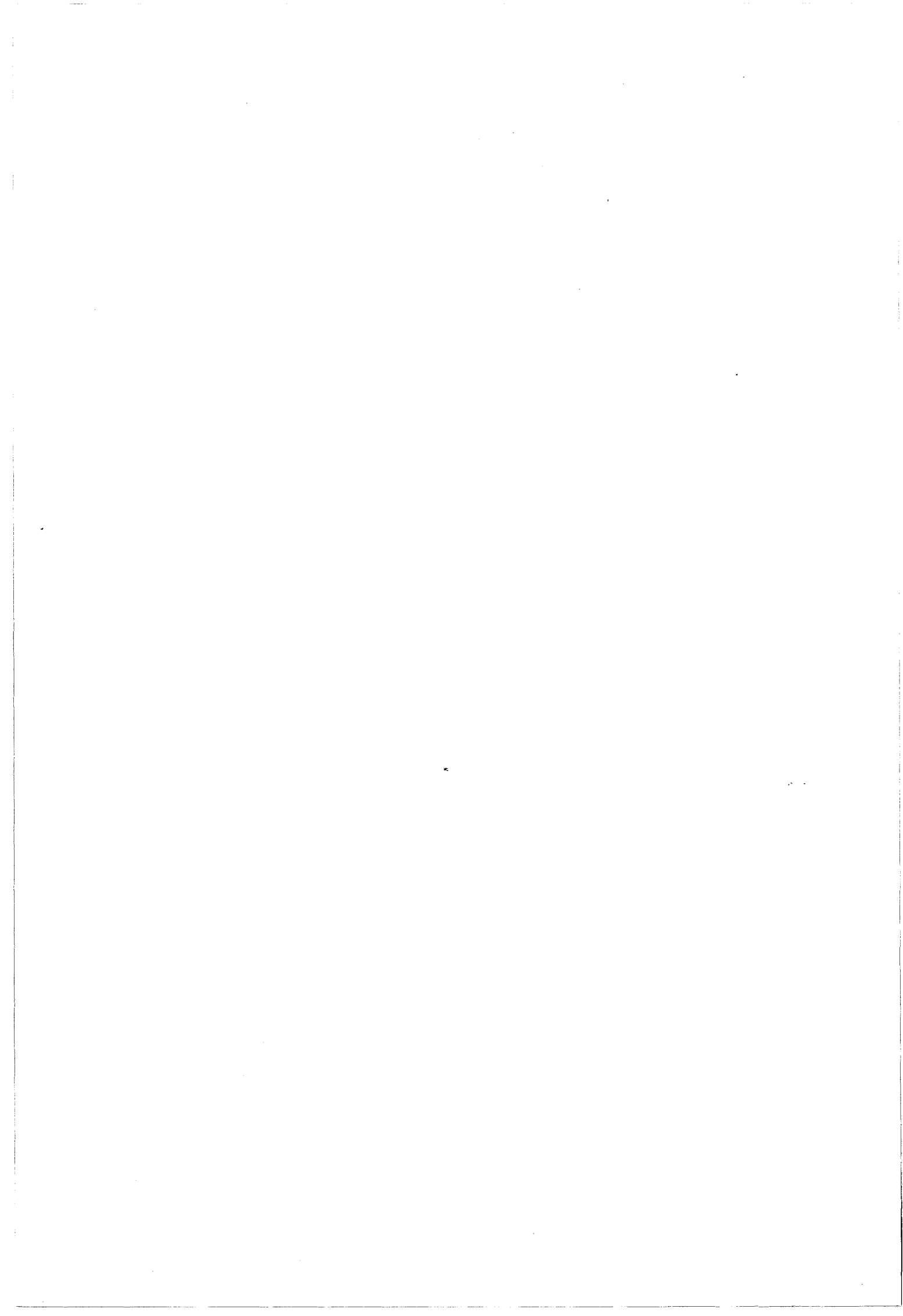
TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II. 1. Conditions d'étude en Microscopie Electronique en Transmission

- II. 1. 1. Préparation des lames minces
- II. 1. 2. Observation en microscopie électronique

II. 2. Autres méthodes de caractérisation

- II. 2. 1. Double Diffraction X
- II. 2. 2. Topographie aux rayons X
- II. 2. 3. Microscopie optique
- II. 2. 4. Orientation par attaque chimique



II. 1. CONDITIONS D'ETUDE EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION

II. 1. 1. Préparation des lames minces

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

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

Ces deux types de lames minces donnent des résultats complémentaires. En effet dans le premier cas, le faisceau d'électrons étant parallèle aux interfaces, l'observation fournit des renseignements sur les inhomogénéités de structure ou de composition dans l'épaisseur (voir par exemple [1]). Cette observation permet en outre de localiser les défauts (par exemple, les dislocations de désadaptation de réseau) par rapport aux interfaces. Dans le second cas, le faisceau d'électrons étant perpendiculaire aux interfaces, on révèle alors la répartition des défauts parallèlement à ces interfaces. L'association de ces deux méthodes permet d'obtenir une représentation tridimensionnelle de la répartition des défauts.

II. 1. 1. α . Préparation d'échantillons amincis sur la tranche

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

* La première étape consiste à prélever sur la plaquette par clivage ou découpe à la scie à fil, deux morceaux d'environ 6 mm x 2,5 mm (figure II.1.a) qui seront ensuite collés face épitaxiée contre face épitaxiée à l'aide d'une colle Torr Seal (Varian) (figure II.1.b). Le grand côté est choisi parallèle à la normale au plan moyen de la lame mince

* Une fois la colle durcie, ce "sandwich" est découpé en lamelles de 500 μ m à 1mm, à l'aide d'une scie à fil (figure II.1.c). Ces lamelles sont alors placées à l'intérieur de petits tubes de laiton disposés dans un moule en prenant soin de bien poser les échantillons sur la tranche (figure II.1.d). Les dimensions des tubes sont de 2,5 mm pour le diamètre intérieur et de 3 mm pour le diamètre extérieur ce qui correspond à la dimension d'une grille de microscopie électronique.

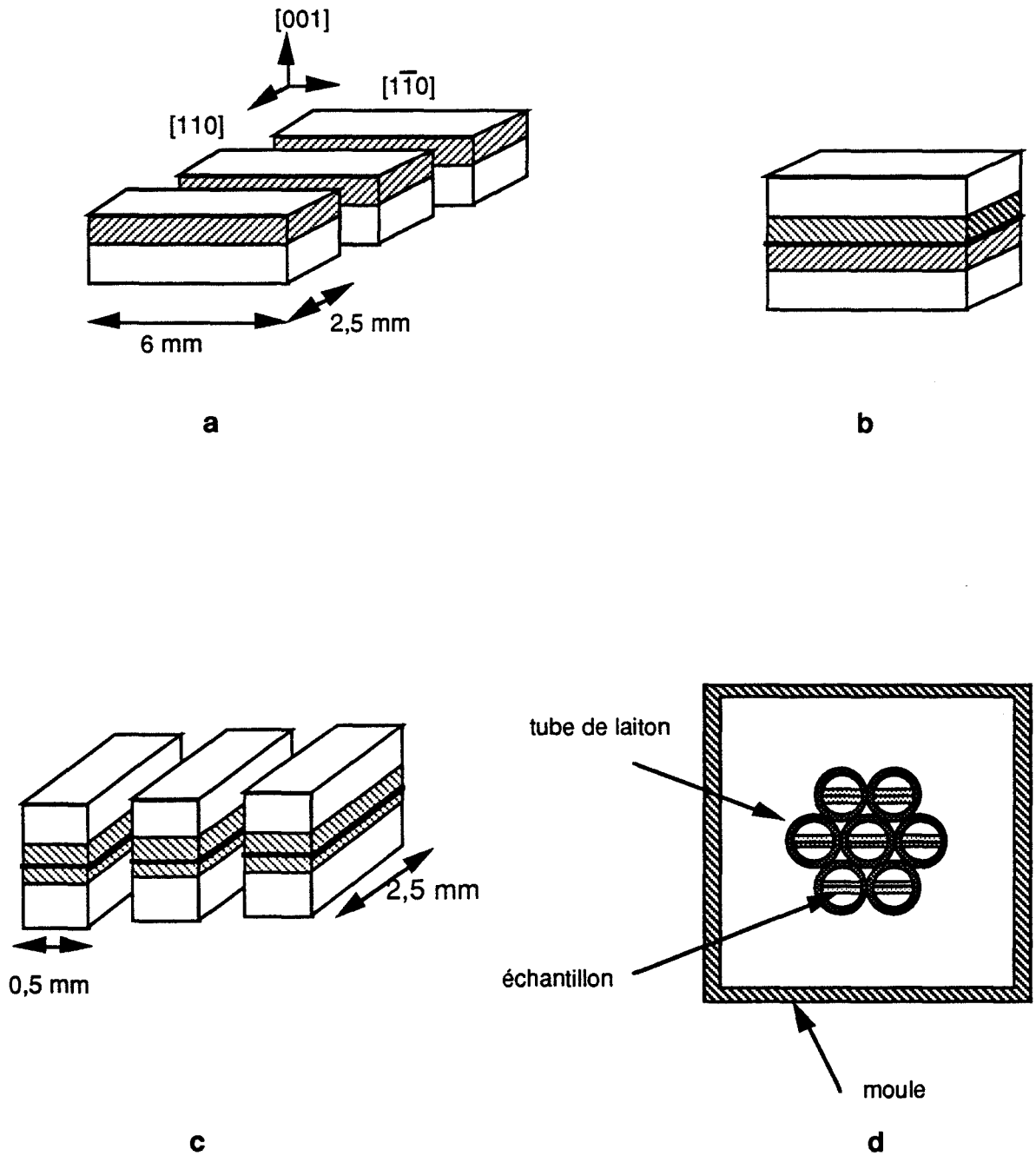


Figure II.1.: Les différentes étapes de la préparation de lames amincies par la tranche

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

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

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

Lors du polissage de la deuxième face, l'abrasion s'effectue jusqu'à ce que l'échantillon atteigne une épaisseur d'environ 60 μm , puis elle est terminée de la même manière que l'autre face.

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

Remarque: Certaines observations en "cross-section" se sont révélées être différentes suivant la nature de la normale au plan de la lame, à savoir [110] ou $[\bar{1}\bar{1}0]$ (chapitre IV). Dans ce cas, il est nécessaire d'observer des lames suivant ces deux normales. Cela peut se faire sur une même "cross-section", présentant de part et d'autre du joint de colle des lames de normales différentes. Les normales peuvent être facilement distinguées en découpant l'un des morceaux à 2,5 mm de largeur, l'autre étant découpé à une largeur inférieure.

II. 1. 1. β . Préparation de lames amincies parallèlement aux interfaces

On prélève sur la plaquette un morceau de 4mm x 6mm que l'on abruse uniquement côté substrat de façon à ramener son épaisseur à environ 60 μm . Les opérations de polissage sont réalisées de la même manière que pour les lames amincies sur la tranche. L'échantillon poli est ensuite découpé en rectangles de dimensions 1,4 x 2,3 mm² qui sont ensuite collés sur des grilles de cuivre.

II. 1. 1. γ . Amincissement ionique

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

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

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

II. 1. 2. Observation en microscopie électronique

Les lames ainsi préparées sont étudiées soit dans un microscope électronique JEOL 200 CX opérant à une tension accélératrice de 200 kV, soit dans un microscope électronique PHILIPS CM 30 opérant à 300 kV.

II. 1. 2. α Orientation des lames minces dans le microscope

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

- pour les amincissements sur la tranche, le plan moyen de la lame est de type $\{110\}$; la direction des électrons est prise suivant $[110]$ ou $[1\bar{1}0]$

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

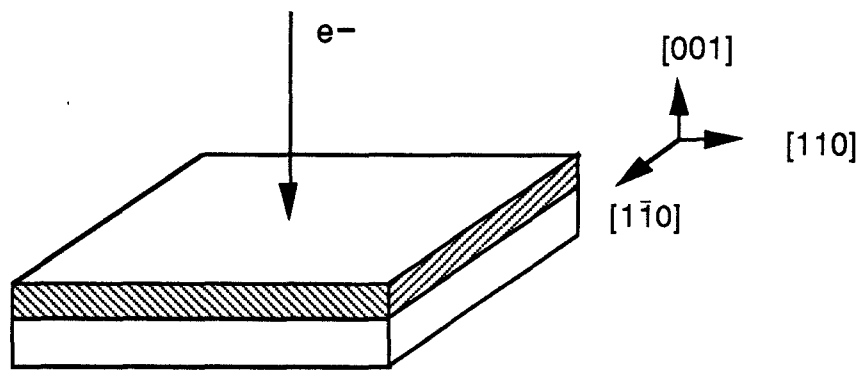


Figure II.2.: Orientation dans le microscope d'un échantillon aminci parallèlement aux interfaces.

II. 1. 2. β . Technique de la diffraction en faisceau convergent (CBED)

Malgré la richesse des informations contenues dans les diagrammes de diffraction en faisceau convergent, l'utilisation de cette technique a été longtemps limitée à un nombre restreint de laboratoires utilisant des appareils modifiés pour l'obtention de ces diagrammes. Ce sont les modifications des systèmes d'éclairage des microscopes modernes, nécessitées par le développement des techniques de microanalyse, qui ont indirectement permis la réalisation et l'exploitation courante des diagrammes de diffraction en faisceau convergent. L'intérêt de cette technique réside dans la diversité des applications qui concernent les domaines suivants :

- mesure de l'épaisseur de l'échantillon
- détermination du potentiel cristallin
- mesure du paramètre cristallin
- détermination de la symétrie cristallographique
- caractérisation des défauts cristallins

et ceci dans un volume de matière de l'ordre de quelques centaines de nm^3 .

II. 1. 2. β . 1. Géométrie de la diffraction

La figure II.3 permet de comparer les figures de diffraction obtenues dans le plan focal image de l'objectif, soit dans le cas où l'échantillon est irradié par un faisceau parallèle d'électrons, soit dans le cas où il est irradié par un faisceau électronique convergent. Dans le premier cas, l'objectif (supposé parfait) fait converger le faisceau incident en un point sur son axe optique et dans le plan focal; les électrons diffractés à un angle 2θ convergent en un autre point du plan focal à une distance $R' \sim 2 f_0 \theta$ (figure II.3.a). Dans le second cas, on peut

décomposer ce faisceau incident en une suite continue de pinceaux répartis dans un cône de demi-angle α (figure II.3.b). Chaque pinceau incident i incliné d'un angle α_i par rapport à l'axe optique converge dans le plan focal image à une distance $r'_i = f_0 \alpha_i$ de cet axe : la tache centrale est ainsi élargie en un disque de diamètre $D = 2 f_0 \alpha$ et il en est de même pour les faisceaux diffractés.

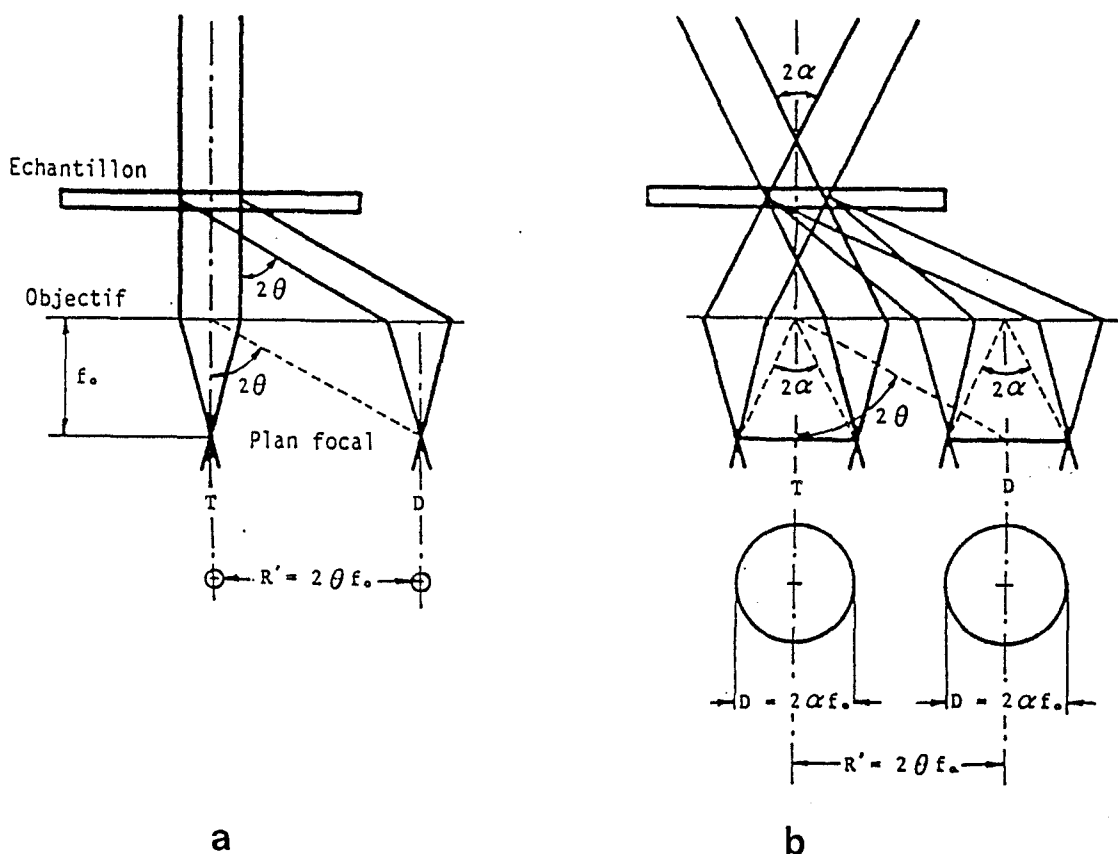


Figure II.3.: Géométrie de la diffraction

a- en faisceau incident parallèle

b- en faisceau convergent.

II. 1. 2. β . 2. Construction d'Ewald

La construction d'Ewald est basée sur une sphère de rayon $1/\lambda$ au centre de laquelle on place l'échantillon. Dans le cas du faisceau parallèle, l'origine du réseau réciproque est prise à l'intersection O^* du faisceau transmis et de cette sphère (figure II.4). Tout noeud hkl du réseau réciproque situé sur la sphère vérifie strictement les conditions de la loi de Bragg $\mathbf{g} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_0$ (\mathbf{g} est le vecteur du réseau réciproque correspondant au noeud hkl , \mathbf{k}_0 et \mathbf{k} sont respectivement les vecteurs

d'onde des électrons transmis et diffractés). L'utilisation d'échantillons très minces dans le cas de la microscopie électronique en transmission implique un relâchement de ces conditions et on peut avoir un faisceau diffracté \mathbf{k}' vérifiant $\mathbf{k}' - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g} + \mathbf{s}$, le vecteur \mathbf{s} joignant le noeud du réciproque considéré à l'intersection du rayon diffracté et de la sphère d'Ewald (figure II.4).

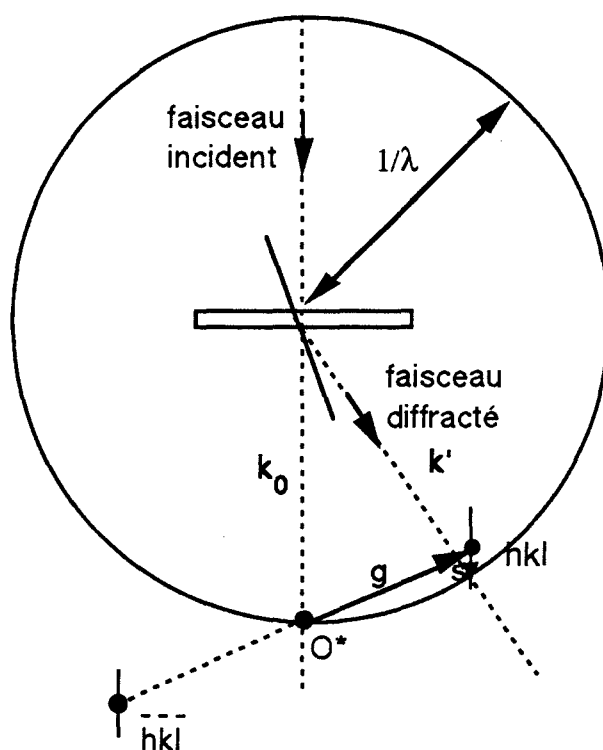


Figure II.4.: Construction de la sphère d'Ewald en faisceau incident parallèle.

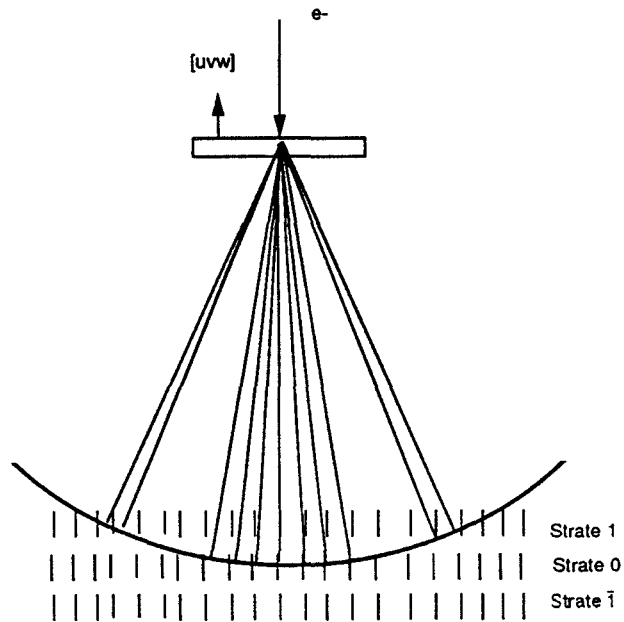
\mathbf{s} : écart aux conditions de Bragg

\mathbf{g} : vecteur de diffraction

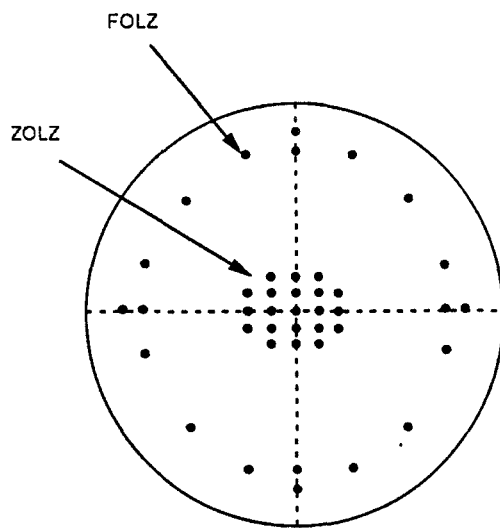
Lorsque le faisceau incident est parallèle à une rangée $[uvw]$ du cristal étudié, le réseau réciproque correspondant peut être décrit comme un ensemble de strates parallèles, équidistantes et perpendiculaires à la rangée $[uvw]$ (figure II.5.a). Par exemple, la strate d'ordre n contient les noeuds hkl qui vérifient la relation $hu + kv + lw = n$ (n nombre entier). La sphère d'Ewald coupant la strate 0 et les strates 1, 2, ..., n , les taches de diffraction correspondantes sont réparties en zones de Laue d'ordre 0 (ZOLZ : "zero order Laue zone"), 1 (FOLZ : "first order Laue zone") et plus généralement n (HOLZ "high order Laue zone") (figure II.5.b).

Dans le cas du faisceau convergent, la construction d'Ewald est appliquée à chacun des faisceaux élémentaires constituant le faisceau incident : l'origine et les

noeuds du réseau réciproque sont ainsi transformés en calottes sphériques, le vecteur \mathbf{s} variant à l'intérieur de chacun des disques correspondants dans le plan



a



b

Figure II.5. : Cas où le faisceau incident est parallèle à un axe de zone du cristal

a - construction d'Ewald

b - différentes zones de Laue du diagramme de diffraction

focal de l'objectif (figure II.6.). Les disques de diffraction constituent ainsi des cartes d'intensité transmise ou diffractée en fonction de l'écart s à l'angle de Bragg.

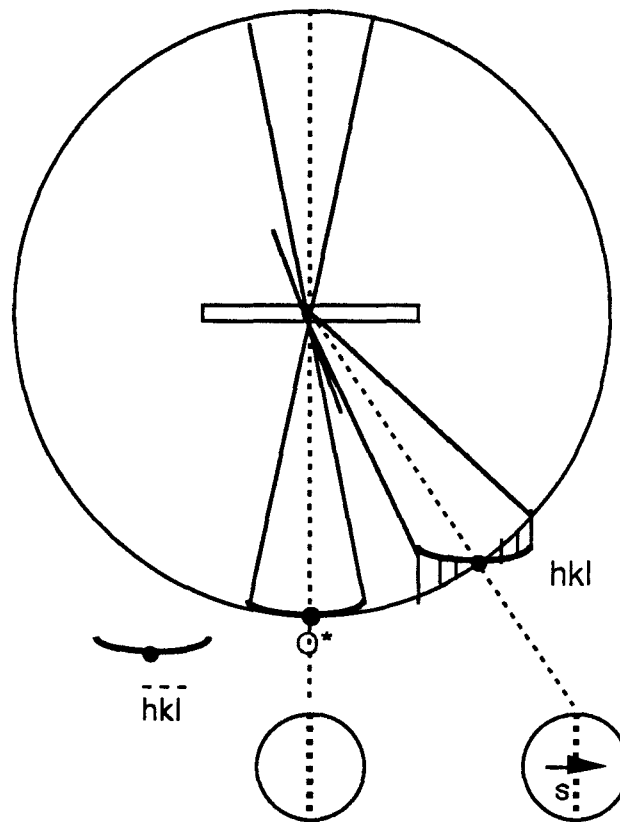


Figure II.6. : Construction de la sphère d'Ewald en faisceau convergent

s : écart aux conditions de Bragg.

g : vecteur de diffraction

II. 1. 2. β . 3. Lignes HOLZ

La structure fine que nous venons de signaler est due pour l'essentiel à l'interaction dynamique des faisceaux diffractés de la zone de Laue d'ordre zéro. Les disques des zones de Laue d'ordre supérieur présentent souvent une seule ligne claire due au fait que la sphère d'Ewald coupe les strates de Laue correspondantes à un angle important, si bien qu'il n'y a d'intensité diffractée appréciable que sur une ligne perpendiculaire au vecteur de diffraction. A ces lignes claires dans les disques des zones de Laue d'ordre supérieur sont associées des lignes sombres dans le disque transmis qui résultent de la

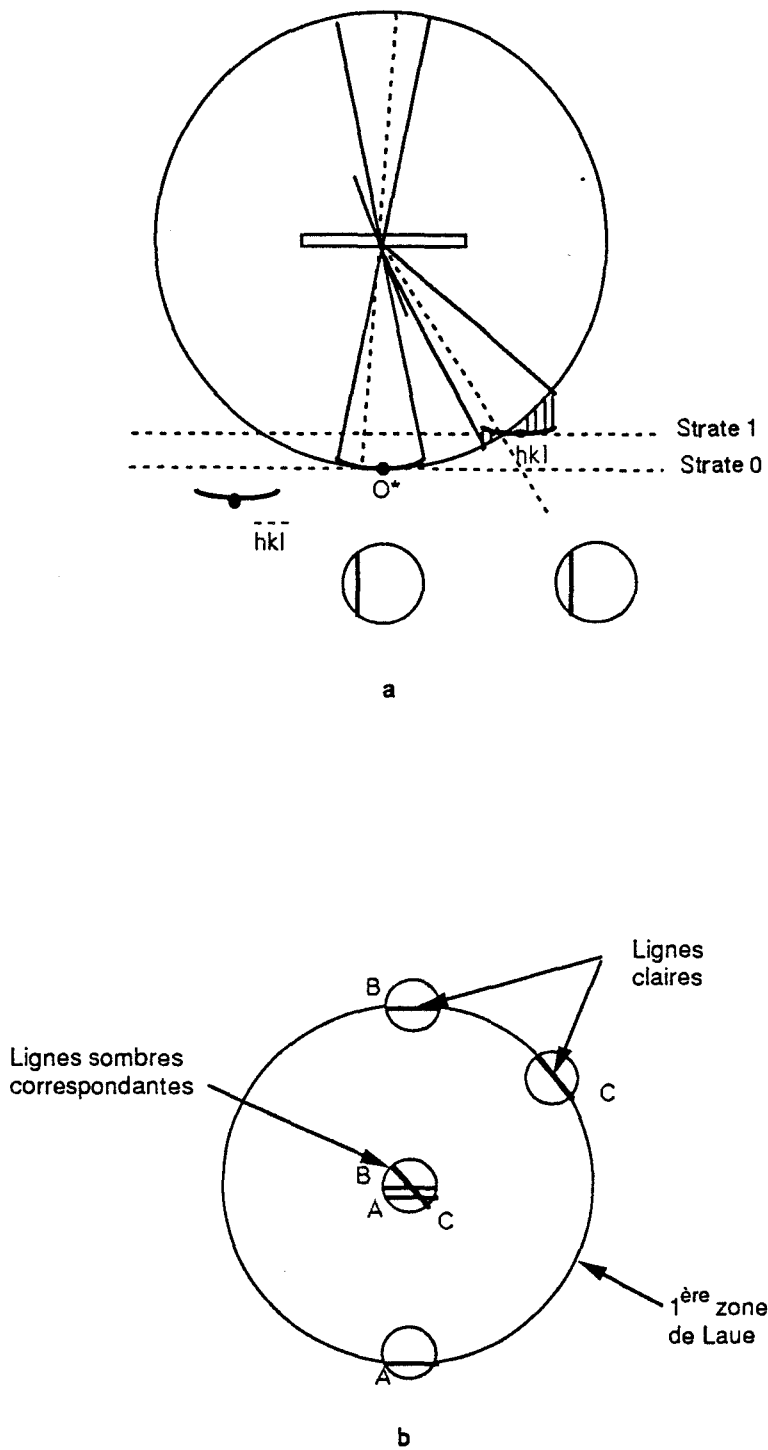


Figure II.7. : *Origine des lignes HOLZ*

a - *interprétation au niveau de la sphère d'Ewald*

b - *diagramme de diffraction; à chaque ligne claire dans la 1^{ère} zone de Laue correspond une ligne sombre dans le disque transmis.*

diminution du flux électronique dans le faisceau transmis, diminution due à l'excitation des ondes diffractées dans les zones de Laue d'ordre supérieur (figure II.7.). L'origine de ces lignes sombres a été étudiée par Steeds et al. [2] qui les ont appelées lignes HOLZ ("High Order Laue Zone lines"). Ils ont pu ainsi expliquer les caractéristiques principales de ces lignes, à savoir :

- la finesse des lignes, qui est d'autant plus marquée que le vecteur de diffraction est d'indice élevé
- le déplacement des lignes en fonction de la tension accélératrice des électrons et des paramètres cristallins du cristal étudié.

Ces caractéristiques sont utilisables pour effectuer une détermination relative précise des paramètres cristallins [3, 4], la détermination précise de la tension accélératrice des électrons étant effectuée à l'aide d'un cristal de référence de paramètres connus.

II. 2. AUTRES METHODES DE CARACTERISATION

II. 2. 1. Double diffraction des rayons X (DDX)

Comme dans le cas de la simple diffraction, l'émission $K\alpha$ du cuivre est utilisée. Celle-ci est formée d'un doublet de raies $K\alpha_1, K\alpha_2$ de longueurs d'onde légèrement différentes. En faisant diffracter ce faisceau une première fois sur un cristal donné (du germanium par exemple), il est possible de séparer ces deux raies et de ne conserver que la raie $K\alpha_1$. Ceci permet alors d'obtenir un faisceau sensiblement atténué mais parallèle et monochromatique. Ceci procure à la double diffraction l'avantage d'une meilleure résolution que la simple diffraction, ce qui en fait une technique de choix pour la mesure des paramètres cristallins des différentes couches épitaxiées.

Les spectres DDX ainsi que les simulations ont été réalisés à l'aide d'un diffractomètre Bede M200 par S. Trudel et J. Di Persio.

II. 2. 2. Topographie aux rayons X

Les défauts sont révélés en topographie aux rayons X, comme dans le cas de la microscopie électronique en transmission, par les champs de contrainte associés à ces défauts, champs de contrainte qui modifient localement les conditions de diffraction.

Les topographies ont été réalisées au Laboratoire d'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique (L.U.R.E.) avec un vecteur de diffraction de type

$\langle 422 \rangle$. Dans ce cas, le faisceau de rayons X incident est pratiquement rasant, ce qui permet d'obtenir une image étendue de l'échantillon. Le faisceau diffracté est presque perpendiculaire à l'interface, ce qui permet d'obtenir des images du plan d'interface peu déformées (figure II.8).

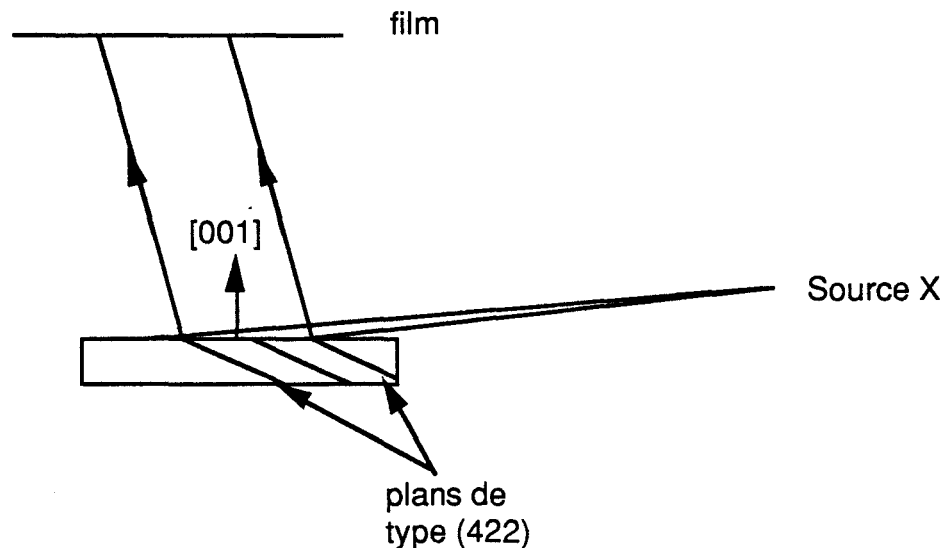


Figure II.8.: Géométrie de la diffraction X en réflexion 422.

Cette technique a été utilisée pour imager les dislocations de désadaptation de réseau des échantillons d'épaisseur voisine de l'épaisseur critique et présentant donc des densités de dislocation faibles compatibles avec la résolution de cette méthode (de l'ordre du micromètre).

II. 2. 3. Microscopie optique

La morphologie de surface des couches métamorphiques a été observée à l'aide d'un microscope optique (Zeiss) équipé d'un dispositif interférentiel Nomarski. Cette technique permet de révéler les figures de "cross hatch" caractéristiques des marches laissées en surface par le glissement des dislocations nécessaires à la relaxation plastique de ces couches [5, 6].

La microscopie optique a également été utilisée pour observer les figures d'attaque.

II. 2. 4. Orientation par attaque chimique

Etant donné le caractère non-centrosymétrique des matériaux III-V, il est important de différencier les deux directions $\langle 110 \rangle$ du plan (001). Dans le cas des

échantillons épitaxiés sur substrat GaAs, ce résultat peut être obtenu à partir d'une attaque chimique sur la face (001). La solution d'attaque est la suivante:



Pour cette solution, la cinétique d'attaque est différente selon la nature des plans {111} attaqués. Pour les plans de type gallium, la cinétique est lente; par contre elle est rapide pour les plans de type arsenic. Ceci a pour conséquence de créer des figures dont la géométrie dépend de l'orientation du matériau [7, 8].

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

Sur la face (001) le grand côté est parallèle à la direction $[\bar{1}10]$; sur la face $(00\bar{1})$, il est parallèle à la direction $[110]$. Ce résultat est illustré sur la figure II.9.

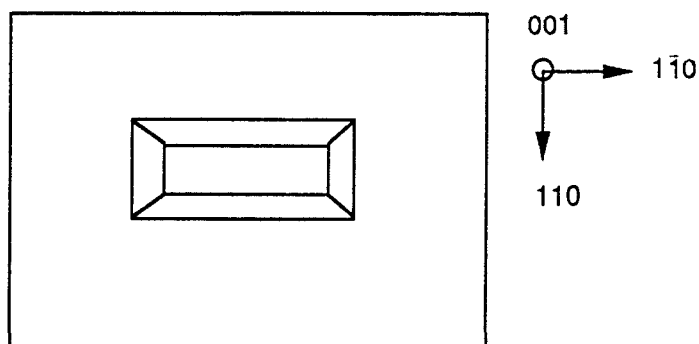
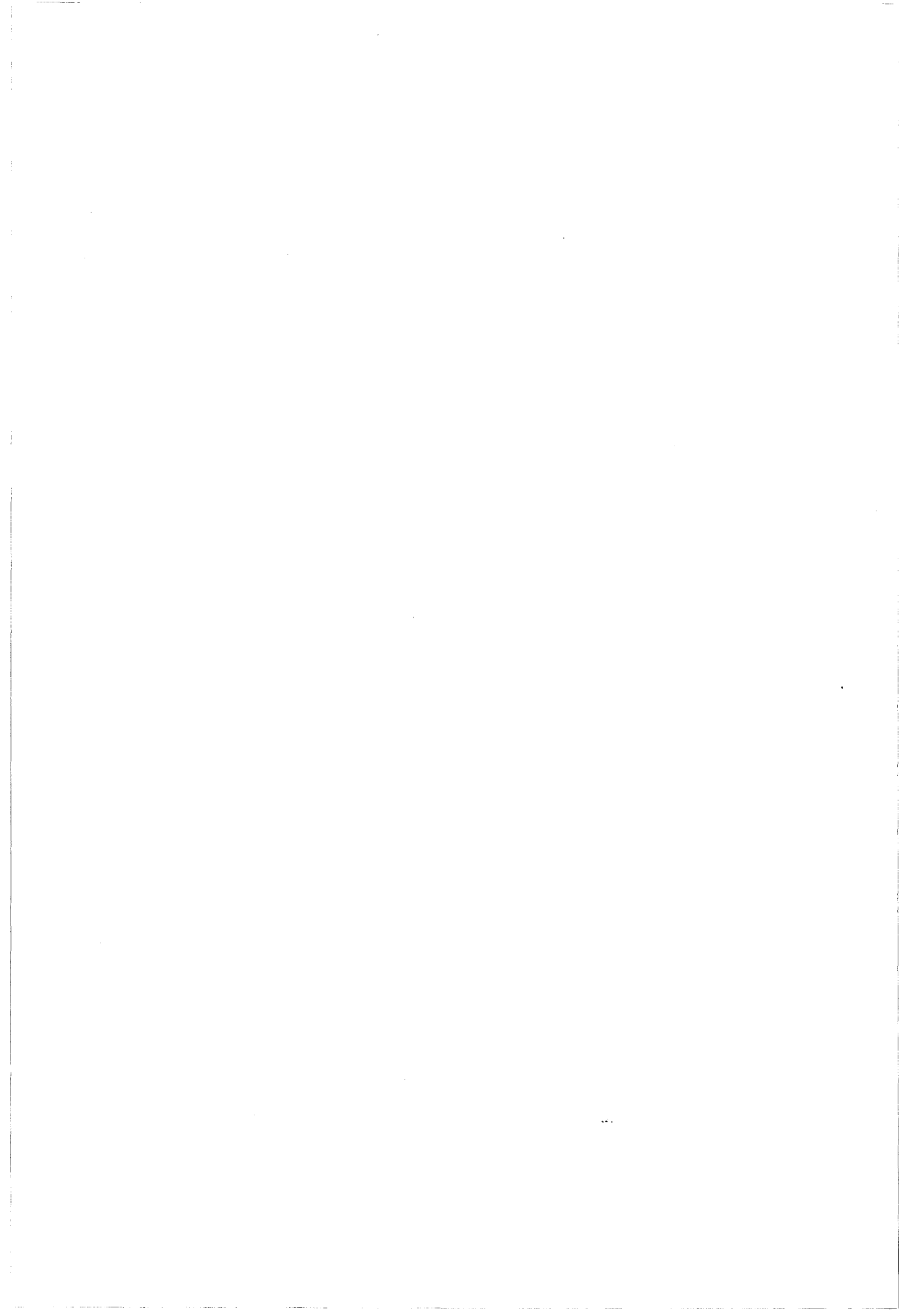


Figure II.9. : figures d'attaque obtenues sur une surface (001).



Références du chapitre II

- [1] A. Lefebvre, C. Herbeaux, C. Bouillet and J. Di Persio, *J. Cryst. Growth* **108**, 655 (1991).
- [2] P. Jones, G. Rackam and J.W. Steeds, *Proc. Roy. Soc. London*, **A 354**, 197 (1977).
- [3] B.J. Thomas, R. Portier et M. Gandais, *J. Microsc. Spectrosc. Electron.*, **8**, 343 (1983).
- [4] R. Ecob, M. Shaw, A. Porter, B. Ralph, *Phil. Mag.*, **A44**, 1117 (1981).
- [5] G. H. Olsen, *J. Cryst. growth* **31**, 223 (1975).
- [6] T. Nishioka, Y. Itoh, A. Yamamoto and M. Yamaguchi, *Appl. Phys. Lett.* **51**, 1928 (1987).
- [7] Y. Tarui, Y. Komiya et Y. Harada, *J. Electrochem. Soc.* **118**, 119 (1971).
- [8] D. W. Shaw, *J. of Cryst. Growth* **47**, 509 (1979).



CHAPITRE III

**PROPAGATION ET GLISSEMENT DEVIÉ DES
DISLOCATIONS EMERGENTES DANS LES
HETEROSTRUCTURES $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$
($x < 0,05$)**



CHAPITRE III

PROPAGATION ET GLISSEMENT DEVIÉ DES DISLOCATIONS EMERGENTES DANS LES HETEROSTRUCTURES $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}/\text{GaAs}$ ($x < 0,05$)

III. 1. Introduction

III. 2. Structures étudiées

III. 3. Etude des dislocations de désadaptation

III. 3. 1. Aspect général

III. 3. 2. Dislocations qui tournent à angle droit

III. 4. Interactions entre dislocations de désadaptation de réseau et dislocations émergentes.

III. 5. Conclusion



III. 1. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous nous intéresserons au premier stade de la relaxation plastique, c'est à dire aux dislocations de désadaptation qui apparaissent en premier. On peut envisager, soit des mécanismes de nucléation (homogène ou hétérogène), soit des mécanismes de multiplication. Ces derniers mécanismes seront discutés au chapitre IV. En ce qui concerne la nucléation hétérogène des dislocations de désadaptation, on peut classer les sources en trois catégories:

1. Les répliques. On considère, pour cela, les dislocations de croissance préexistantes dans le substrat. Elles se répliquent, lors de la croissance, dans les couches épitaxiées et se courbent dans l'interface sous l'effet de la contrainte de désadaptation (figure III.1.a). Ce type de source de dislocations de désadaptation a été introduit par Matthews [1] et lui a permis de proposer un modèle donnant la valeur de l'épaisseur critique notée h_{c1} en fonction du désaccord paramétrique (figure III.2). Des dislocations de désadaptation de réseau provenant de répliques ont été observées en topographie des Rayons X, dans le système GaAlAsP / GaAs par Petroff et Sauvage [2]. Or les densités de dislocations de croissance dans les substrats de GaAs sont de l'ordre de 10^4 cm^{-2} (ce qui correspond, en moyenne, à une dislocation de désadaptation tous les $100 \mu\text{m}$ dans le plan de l'interface); il faut donc faire intervenir d'autres types de sources lorsque la densité de dislocation de désadaptation devient plus importante.

2. Les sources de surface, qui sont créées au voisinage de défauts structuraux (concentration de contrainte, variation de concentration ...). Elles produisent des demi-boucles qui se développent sous l'effet de la contrainte, à partir de la surface, jusque l'interface (figure III.1.b). Elles ont été également considérées par Matthews pour élaborer un second modèle d'épaisseur critique [3], qui conduit à des valeurs comparables à celles obtenues avec le premier modèle.

3. Les sources internes qui fonctionnent à partir de défauts tels que le "défaut diamant" présent dans le système SiGe / Si [4], pour lequel la croissance des couches est réalisée sur des substrats pratiquement exempts de dislocations de croissance. Le défaut diamant est un défaut plan bordé de parties parallèles aux directions de type $\langle 110 \rangle$ et de vecteur $1/6\langle 411 \rangle$; il permet la nucléation de dislocations glissiles d'au plus deux vecteurs de Burgers. Aucun cas de source interne n'a été signalé, jusqu'à présent, dans les systèmes à base de GaAs.

La nucléation homogène de demi-boucles à partir de la surface a été également envisagée par Matthews qui a calculé l'énergie nécessaire à la

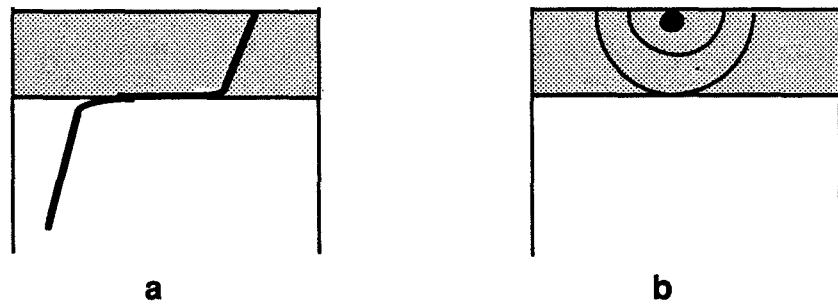


Figure III.1. : Nucléation des dislocations de désadaptation de réseau

a- à partir d'une dislocation de croissance du substrat

b- à partir de demi-boucles de surface.

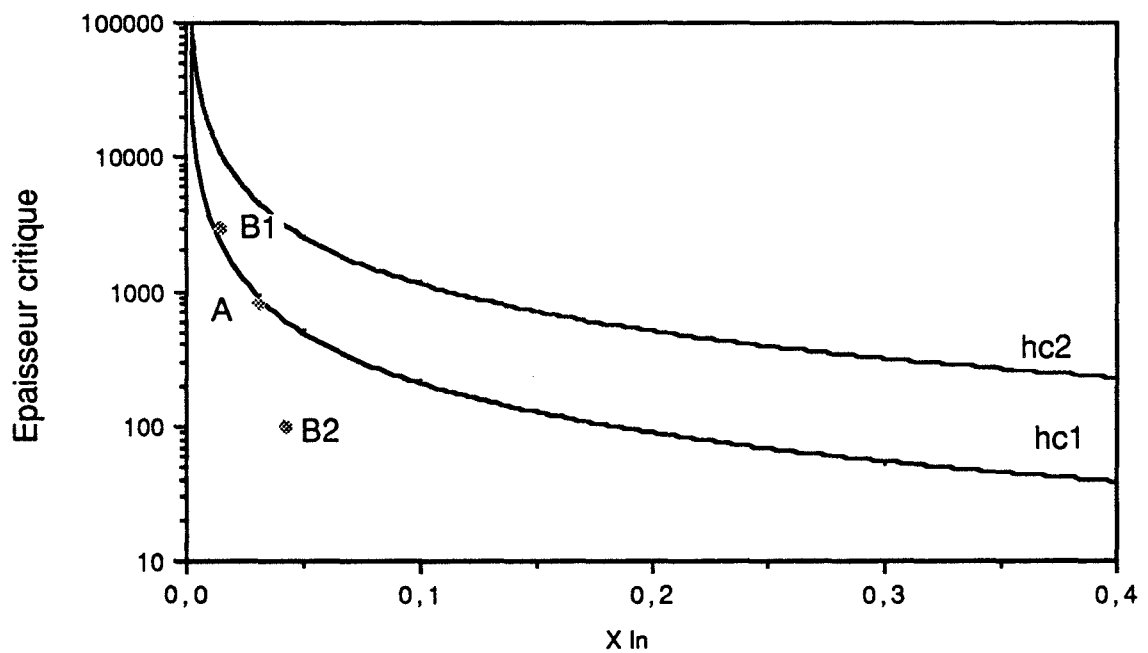


Figure III.2. : Epaisseur critique d'une couche simple (hc_1) [1] et d'un superréseau (hc_2) [6] en fonction du taux d'indium.

formation d'une demi-boucle de dislocation semi-circulaire. En comparant cette énergie à l'énergie de surface disponible à la température de croissance (environ 550°C pour notre système GaInAs/GaAs) suivant le calcul proposé par Matthews [1], Fitzgerald et al. [5] en concluent qu'il faut que le taux d'indium de l'alliage GaInAs soit au moins égal à 30% pour que la nucléation homogène soit envisageable.

III. 2. STRUCTURES ETUDIEES

Pour étudier les premiers stades de la relaxation, il faut des échantillons présentant un faible désaccord paramétrique et une épaisseur proche de l'épaisseur critique de sorte que les dislocations de désadaptation étudiées proviennent essentiellement de la nucléation hétérogène: en effet, plus on dépasse l'épaisseur critique, plus la densité de dislocations de désadaptation augmente et plus les mécanismes de multiplication risquent d'être activés.

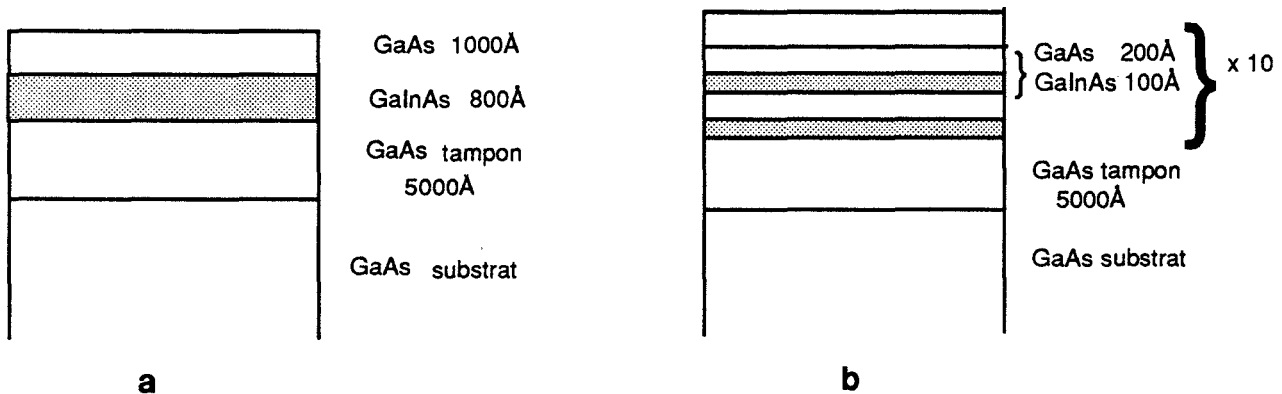


Figure III.3.: Echantillons étudiés.

a - Monocouche de GaInAs à 3% d'indium recouverte d'une couche de GaAs

b- Superréseau $Ga_{0,96}In_{0,04}As/GaAs$.

Nous avons observé deux échantillons de type $Ga_{1-x}In_xAs/GaAs$ avec un taux d'indium de 3-4%. Ces échantillons ont été obtenus par épitaxie par jets moléculaires, sur des substrats de GaAs :

* un échantillon monocouche $Ga_{0,97}In_{0,03}As$ de 800 Å d'épaisseur, recouvert de GaAs (figure III.3.a); la croissance de cet échantillon a été réalisée sur un quart de substrat collé à l'indium, dans le bâti d'épitaxie (échantillon A). Dans ce cas , des contraintes supplémentaires dues au collage peuvent intervenir et donc diminuer la valeur de l'épaisseur critique.

* un superréseau constitué de 10 périodes de [$Ga_{0,96}In_{0,04}As$ (100 Å) / GaAs (200 Å)] (figure III.3.b). La croissance a été réalisée cette fois-ci sur un substrat de diamètre "2 pouces" (échantillon B)

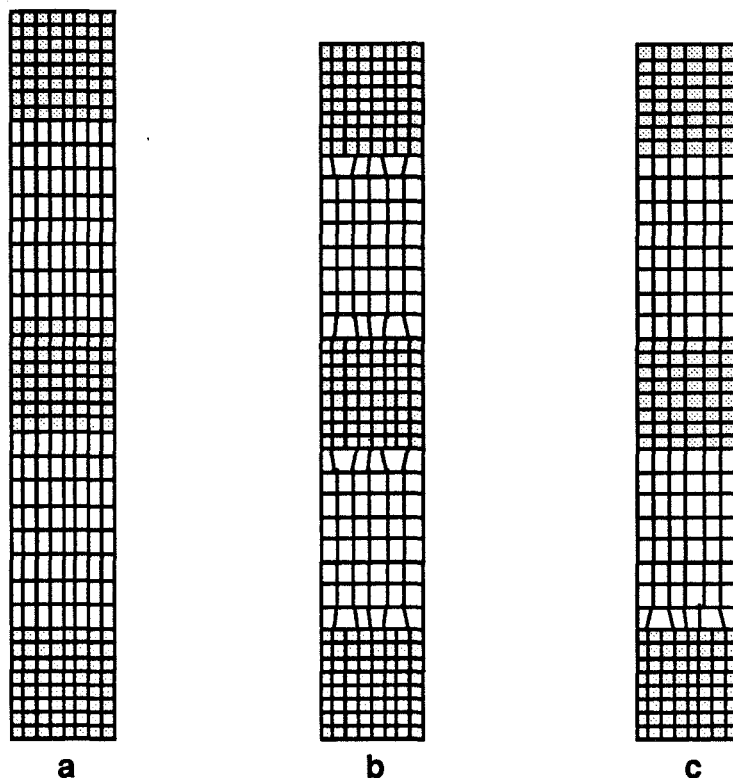


Figure III.4. : *Etats de contrainte possibles d'un superréseau*

- a- *le superréseau est parfaitement contraint*
- b- *relaxation partielle à chaque interface*
- c- *relaxation partielle à l'interface substrat / superréseau*

On voit d'après le modèle de Matthews donnant l'épaisseur critique h_{c1} pour une couche simple (1er modèle de Matthews) que l'échantillon monocouche est à la limite de la relaxation (figure III.2 , point A).

Pour le superréseau, la relaxation peut se faire de deux façons, suivant l'épaisseur des couches contraintes:

- soit à l'aide de dislocations de désadaptation de réseau qui apparaissent à chaque interface (figure III.4.b). Dans ce cas, l'épaisseur critique h_{c2} est définie pour chacune des couches contraintes du superréseau. Cette épaisseur critique a été évaluée par Matthews et Blakeslee [6] en adaptant le modèle de la réplique dans le cas d'une couche simple au cas d'une structure multicouche (figure III.5). L'épaisseur critique d'un superréseau est 4 fois plus grande que celle d'une couche simple:

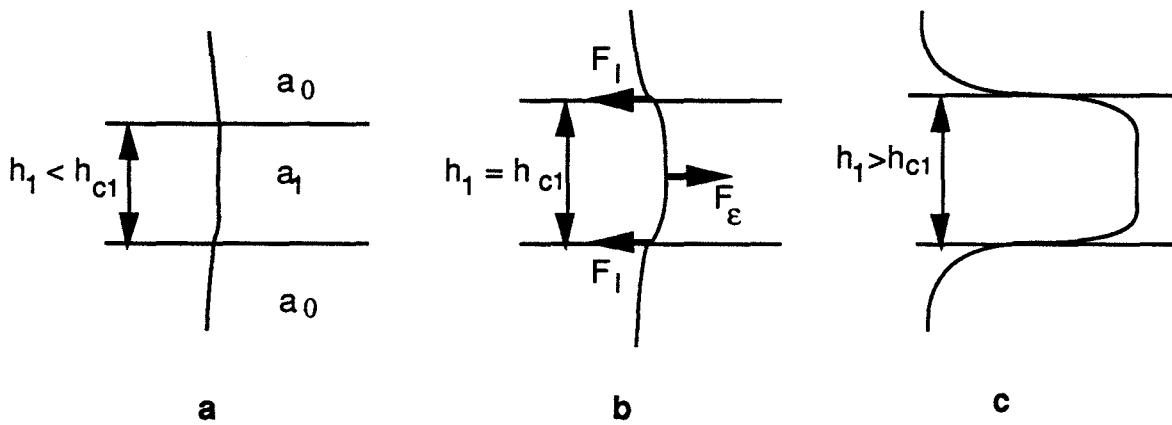


Figure III.5. : Formation des dislocations de désadaptation de réseau dans un superréseau par réplique des dislocations de croissance du substrat . F_l est la tension de ligne et $F_ε$ est la force de Peach-Koehler due à la désadaptation.

* le premier facteur 2 provient du fait que la déformation élastique est répartie entre toutes les couches; une moitié des couches se trouve en tension alors que l'autre se trouve en compression,

* le second facteur 2 provient du fait que chaque dislocation du substrat répliquée dans la couche produit deux dislocations de "misfit".
L'épaisseur d'une couche contrainte du superréseau (100 Å) n'est pas ici suffisante pour que ce type de relaxation ait lieu (figure III.2, point B₂).

- soit, selon le modèle de Hull et al. [7]. La relaxation du superréseau n'a lieu qu'à l'interface couche tampon / superréseau (figure III.4.c). Dans ce cas, le superréseau se comporte comme une couche unique de paramètre moyen $\langle a \rangle$ donné ci-dessous (les indices 1 et 2 correspondent aux deux types de couches constituant le superréseau) :

$$\langle a \rangle = \frac{a_1 e_1 + a_2 e_2}{e_1 + e_2}$$

et ayant pour épaisseur l'épaisseur totale du superréseau $e = (e_1 + e_2) n$

$a_{1(2)}$ est le paramètre de la couche 1(2) du superréseau et $e_{1(2)}$ son épaisseur ; n est le nombre de périodes du superréseau.

L' épaisseur critique d'un tel superréseau est alors identique à celle d'une couche simple, soit h_{c1} .

Notre superréseau doit, d'après ses caractéristiques, se comporter comme une couche unique de GaInAs d'épaisseur 300 nm et de taux d'indium 1,4 %, et dans ce cas, l'épaisseur du superréseau est juste supérieure à l'épaisseur critique (figure III.2, point B₁).

Enfin, pour caractériser complètement ces échantillons, il faut évaluer les contraintes élastiques que subissent la couche et le substrat.

Les contraintes élastiques biaxiales dans une direction $\langle 110 \rangle$ du plan de croissance, existant dans la couche et le substrat sont données par le tableau III.1. Rappelons que la contrainte de désadaptation d'une couche de paramètre a_1 que l'on fait croître sur un substrat de paramètre a_0 s'exprime de la façon suivante (chapitre I):

$$\sigma_1 = \frac{E_1}{(1-\nu)} \frac{a_1 - a_0}{a_1} \quad (1)$$

où E_1 et ν_1 sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson de la couche dans le plan de croissance, suivant une direction $\{110\}$. Il est à noter que le rapport $\frac{E}{1-\nu}$ dans un plan de type (001) ne dépend pas des directions dans ce

plan et vaut $12,4 \times 10^{10}$ Pa (chapitre I).

La contrainte dans le substrat est déduite de la contrainte précédente à l'aide la relation :

$$\sigma_0 = \sigma_1 \times \frac{t_1}{t_0} \quad (2)$$

où t_1 est l'épaisseur de la couche épitaxiée et t_0 l'épaisseur de l'ensemble (substrat + couche tampon).

Il est à noter qu'en ce qui concerne le superréseau, seules les couches d'alliage ternaire sont contraintes.

Echantillon	σ_1 (MPa)	σ_0 (MPa)
Monocouche $\text{Ga}_{0,97}\text{In}_{0,03}\text{As}$	266	0,08
Superréseau $\text{Ga}_{0,96}\text{In}_{0,04}\text{As}/\text{GaAs}$	355	0,11

Tableau III.1: Evaluation des contraintes de désadaptation dans la couche, σ_1 et le substrat, σ_0 .

Le calcul a été réalisé avec une épaisseur $t_0 = 300 \mu\text{m}$.

Remarque: dans ce chapitre et les chapitres qui suivront, nous utiliserons, sauf précision, les termes "substrat", pour l'ensemble (substrat + couche tampon), et "couche épitaxiée" pour l'ensemble des couches épitaxiées, aussi bien dans le cas des échantillons monocouches que dans le cas des échantillons contenant un superréseau.

III. 3. ETUDE DES DISLOCATIONS DE DESADAPTATION

III. 3. 1. Aspect général

Les échantillons présentant une faible densité de dislocations de désadaptation (distance moyenne entre dislocations supérieure à $30\mu\text{m}$) ne peuvent être étudiés par la MET, qui permet d'observer une surface de l'ordre de $500\mu\text{m}^2$. Dans ces conditions, la répartition des dislocations dans l'échantillon peut être imagée par des techniques de faible résolution (de l'ordre de quelques μm) telles que la topographie aux rayons X, la cathodoluminescence ou l'E.B.I.C. (courant induit par faisceau d'électrons). La figure III.6 montre une topographie X en réflexion de l'échantillon monocouche, réalisée avec le vecteur de diffraction $[\bar{2}\bar{2}4]$. On y remarque que la relaxation est hétérogène:

* en densité :

l'espacement moyen entre dislocations passe de $40\mu\text{m}$, près du bord de l'échantillon, à $100\mu\text{m}$, à 1mm du bord. Enfin, on ne trouve plus de dislocations à environ 10mm du bord.

* en direction :

On trouve essentiellement des dislocations parallèles à la direction $[1\bar{1}0]$ qui sont donc de type α (chapitre I). Cette asymétrie a été observée auparavant grâce à des images de cathodoluminescence [5], [8] et [9]. Elle a été souvent attribuée à la différence de mobilité entre dislocations α et β (voir par exemple [8, 10]). Cette explication nous paraît insuffisante car, comme le montre la figure III.7, le problème de l'allongement des dislocations de "misfit" dans l'interface, qu'elles soient de type α ou β , se ramène toujours à un problème de mobilité des dislocations vis qui glissent dans la couche épitaxiée. Nous pensons que cette asymétrie doit être corrélée à une différence de nucléation plutôt qu'à une différence de propagation des dislocations α et β .

Le deuxième point remarquable concerne le fait fréquemment observé selon lequel certains segments parallèles à la direction $[110]$ (et donc de type β) sont créés à partir de dislocations α qui tournent à angle droit (événements fléchés sur la figure III.6). Cette configuration observée auparavant en cathodoluminescence [5, 8], E.B.I.C. et topographie aux rayons X en transmission [11] a été interprétée à l'aide d'un mécanisme de glissement dévié [12]. Afin de faire une étude plus détaillée de cette configuration, nous avons observé en MET le superréseau $\text{Ga}_{0,96}\text{In}_{0,04}\text{As}/\text{GaAs}$ qui présente une densité de dislocations suffisamment grande (environ une dislocation tous les $5\mu\text{m}$). Il est à noter que la répartition est très hétérogène, des zones partiellement relaxées plastiquement cohabitant avec des zones exemptes de dislocations. L'aspect général des zones présentant de la relaxation plastique est donné par la micrographie de la figure III.8. On observe maintenant des dislocations de désadaptation dans les deux directions. On peut voir de gauche à droite:



Figure III.6.: Topographie aux rayons X en réflexion de l'échantillon A; $g = \bar{2}\bar{2}4$.

Les dislocations de désadaptation de réseau tournant à angle droit sont fléchées.

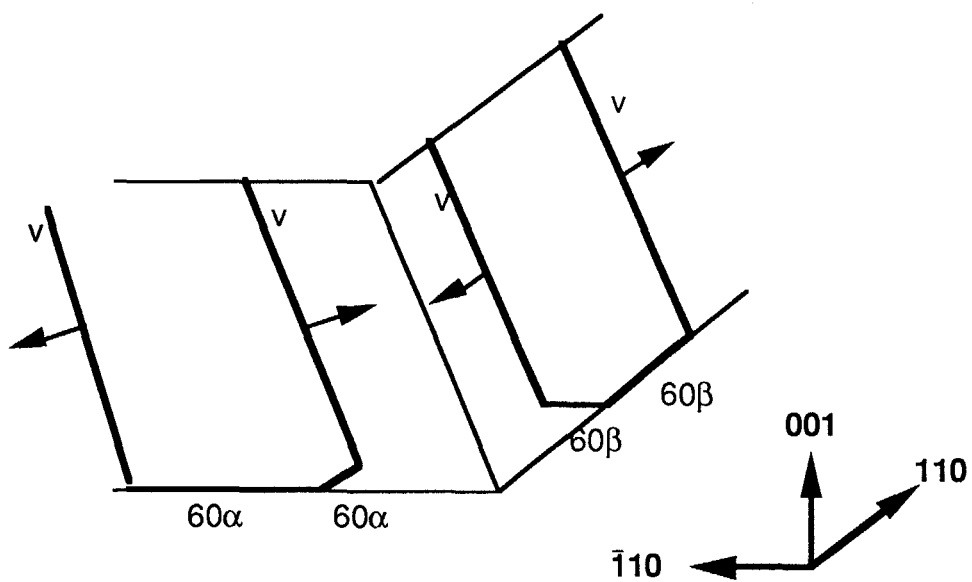


Figure III.7.: Formation de dislocations de désadaptation de réseau à partir de boucles de surface. L'allongement des deux types de dislocations (α et β) ne dépend que de la mobilité des dislocations vis (v) émergentes.

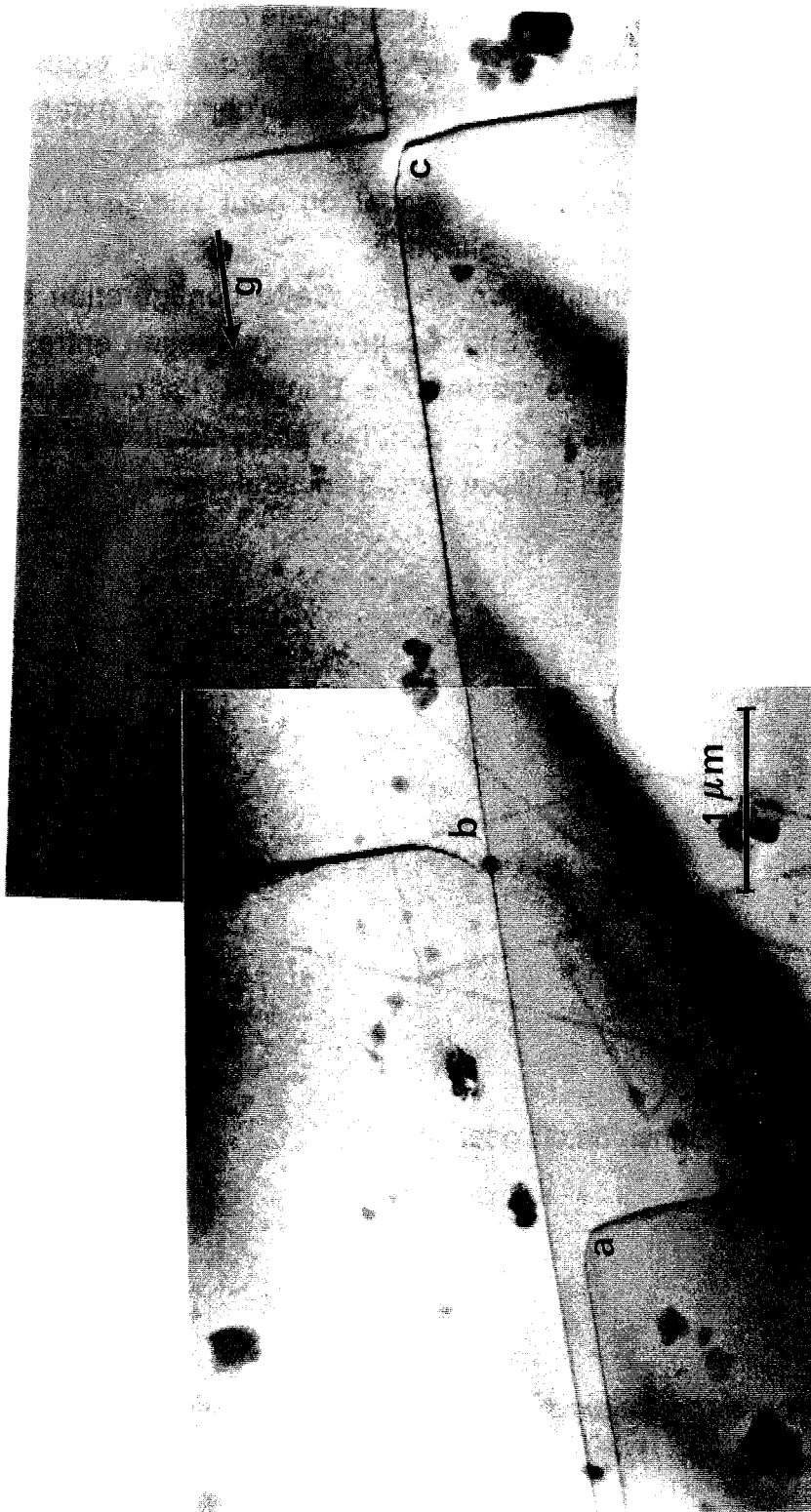


Figure III.8. : Micrographie électronique en transmission de l'échantillon B (lame amincie parallèlement à l'interface). Champ clair. $g = 2\bar{2}0$.

a - Dislocation qui tourne à angle droit.

b - Dislocation émergente.

c.- Annihilation.

-une dislocation qui tourne à angle droit (a), phénomène comparable à ce qui est vu sur la topographie aux rayons X (figure III.6) et qui est également couramment observé en MET; l'étude de ce phénomène fera l'objet du paragraphe III. 3. 2,

-une dislocation qui sort de l'interface, et dont on peut voir le contraste oscillant en (b); ce cas sera étudié au paragraphe III. 4,

-le résultat d'une réaction d'annihilation en (c). Cette configuration a été étudiée en détail par Lefebvre et al. [13]. Elle résulte de l'interaction entre deux dislocations perpendiculaires de même vecteur de Burgers. La configuration obtenue est constituée de deux segments en L, dont l'un présente un coin droit et l'autre un coin V qui est un coin droit qui a glissé vers le substrat (figure III.9).

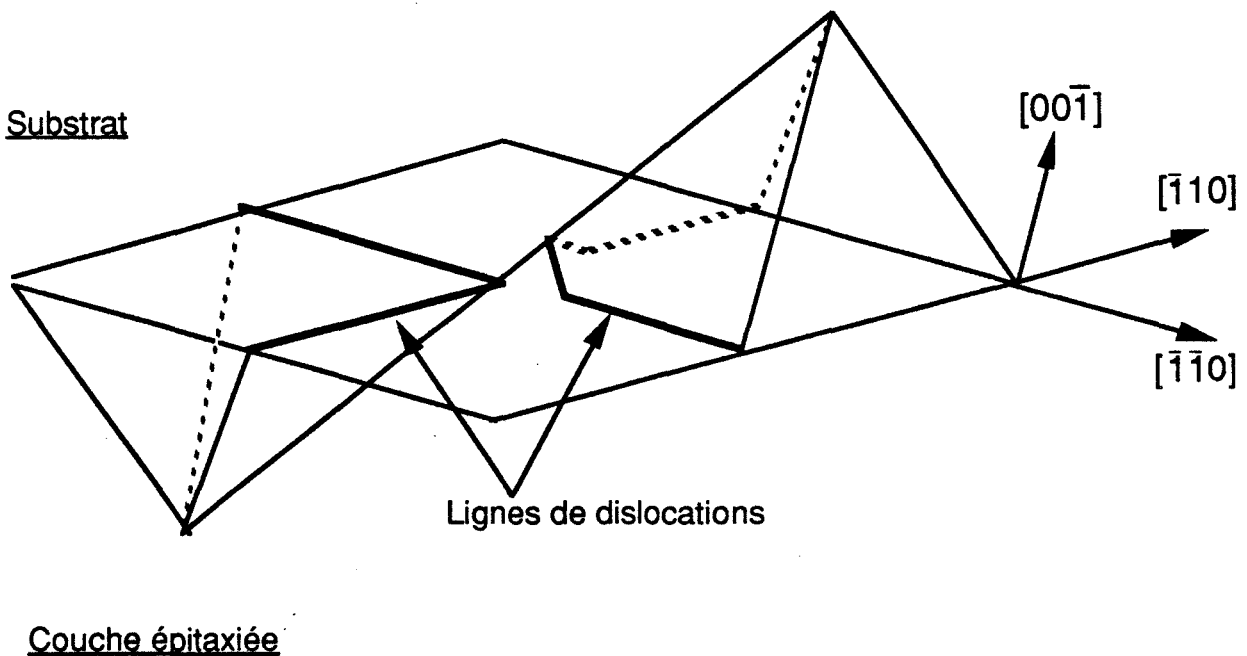


Figure III.9. : Schéma montrant l'inclinaison d'un coin V ayant glissé, hors du plan d'interface (001) , dans les plans $(\bar{1}11)$ et $(\bar{1}\bar{1}1)$.

Cette asymétrie est caractéristique du vecteur de Burgers (figure III.10). Puisque l'extinction des dislocations de désadaptation est difficilement réalisable [14], on peut utiliser cette configuration pour identifier rapidement le vecteur de Burgers. Enfin, cette configuration intervient dans des mécanismes tels que la multiplication de dislocations de désadaptation et la formation des dislocations coin, qui seront étudiés au chapitre IV.

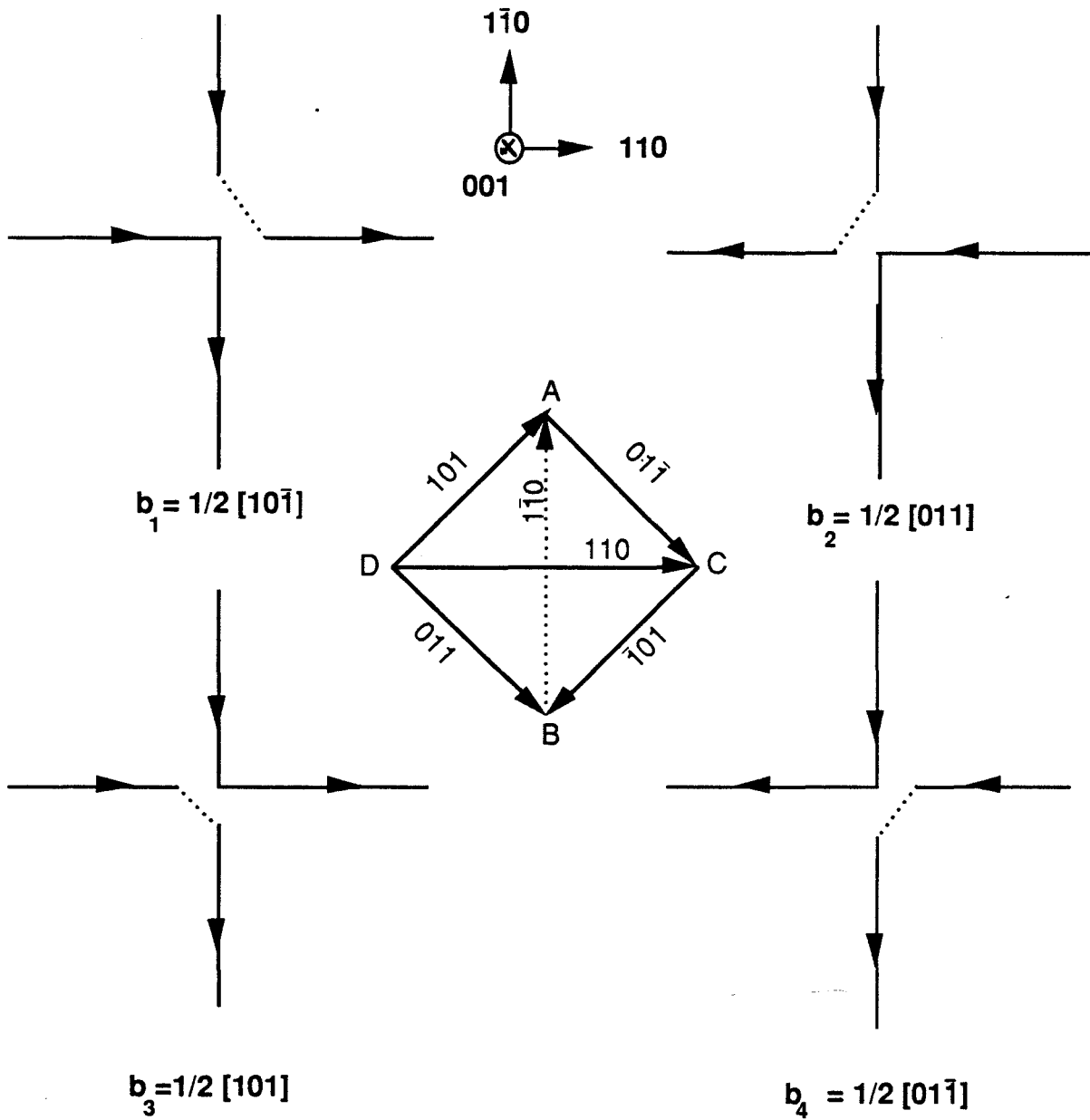


Figure III.10. : Correspondance univoque entre configuration de dislocation et vecteur de Burgers. Le coin V, schématisé par la ligne en pointillés, glisse vers le substrat.

III. 3. 2. Dislocations qui tournent à angle droit

III. 3. 2. α. Observations en MET

Ce type de configuration est très courant comme le montre la figure III.11. Les coins ainsi formés sont, comme dans le cas de l'annihilation:

- soit des coins droits qui restent confinés dans le plan de l'interface,
- soit des coins V constitués de deux segments inclinés par rapport au plan de l'interface, segments qui ont glissé dans le substrat sur les plans {111} en zone avec le vecteur de Burgers considéré (ce dernier point a été vérifié en réalisant des images stéréoscopiques).

Cette analogie avec le cas de l'annihilation a été précisée par l'examen systématique des micrographies électroniques telles que celles des figures III.11 et III.12. Cette dernière figure présente une dislocation ABCD présentant deux angles droits et une dislocation EF initialement rectiligne. Comme il s'est produit une réaction d'annihilation (en G) entre ces deux dislocations, on en déduit qu'elles ont le même vecteur de Burgers. Il s'agit dans ce cas du vecteur $\mathbf{b}_3 = 1/2 [101]$. Ceci est confirmé par la micrographie obtenue avec le vecteur de diffraction $\mathbf{g} = [2\bar{4}\bar{2}]$ (figure III.12.b) sur laquelle le segment BC est quasiment éteint. En effet, ce segment étant parallèle à $[1\bar{1}0]$, on a simultanément $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_3 = 0$ et $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b}_3 \times \mathbf{u}) = 0$, où \mathbf{u} est le vecteur unitaire de la ligne de dislocation. Par contre, pour les segments AB, CD et EF, le terme $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b}_3 \times \mathbf{u})$ vaut 4, ce qui explique leur fort contraste résiduel. La dislocation ABCD est particulièrement intéressante car elle présente deux angles droits, l'un avec un coin V (en B), l'autre avec un coin droit (en C), ce qui correspond à la configuration 3 de la figure III.13. En fait, toutes les configurations de coins qui ont été examinées se sont révélées être en accord avec les configurations proposées sur la figure III.13, pour laquelle il y a correspondance univoque entre configuration de dislocation et vecteur de Burgers. Nous allons montrer maintenant que cette correspondance univoque peut s'expliquer, d'une part parce que tous les segments de dislocation observés contribuent bien à relaxer la contrainte épitaxiée, d'autre part parce qu'elle correspond bien à un équilibre des forces appliquées à ces dislocations.

III. 3. 2. β . Interprétation

Cette interprétation sera proposée, par exemple, dans le cas du vecteur de Burgers $\mathbf{b}_3 = 1/2 [101]$. Puisque l'obtention de dislocations de désadaptation de réseau à partir de répliques est limitée, notre interprétation sera faite dans le cas plus réaliste où la dislocation de désadaptation de réseau est obtenue à partir d'une demi-boucle de surface.

- a) Sens du glissement dévié dans une couche en compression.

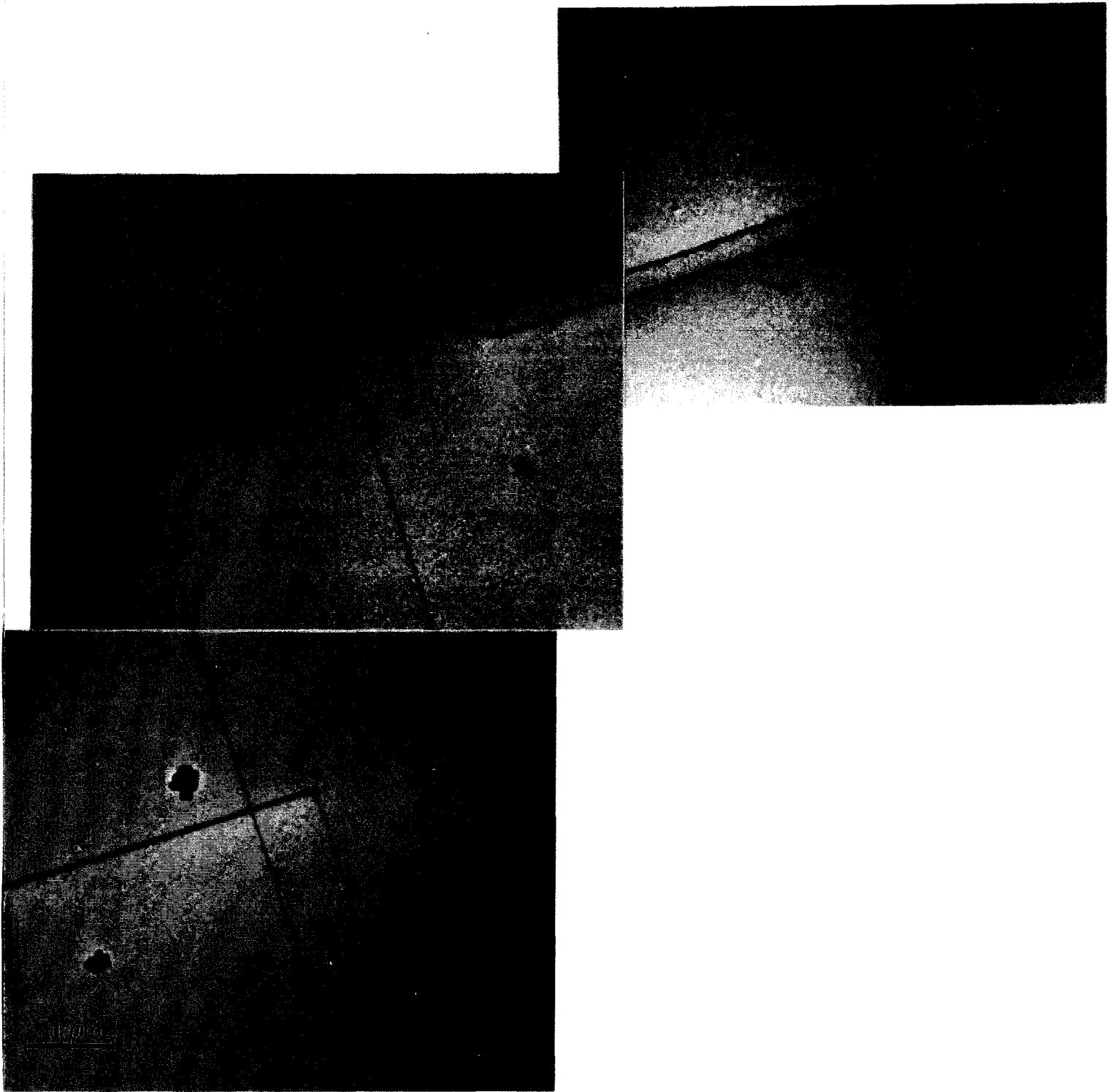


Figure II.11. : Vue générale de l'échantillon B. Champ clair . $g = 220$. Les coins droits (\blacklozenge) et les coins V (\circ) sont indiqués.

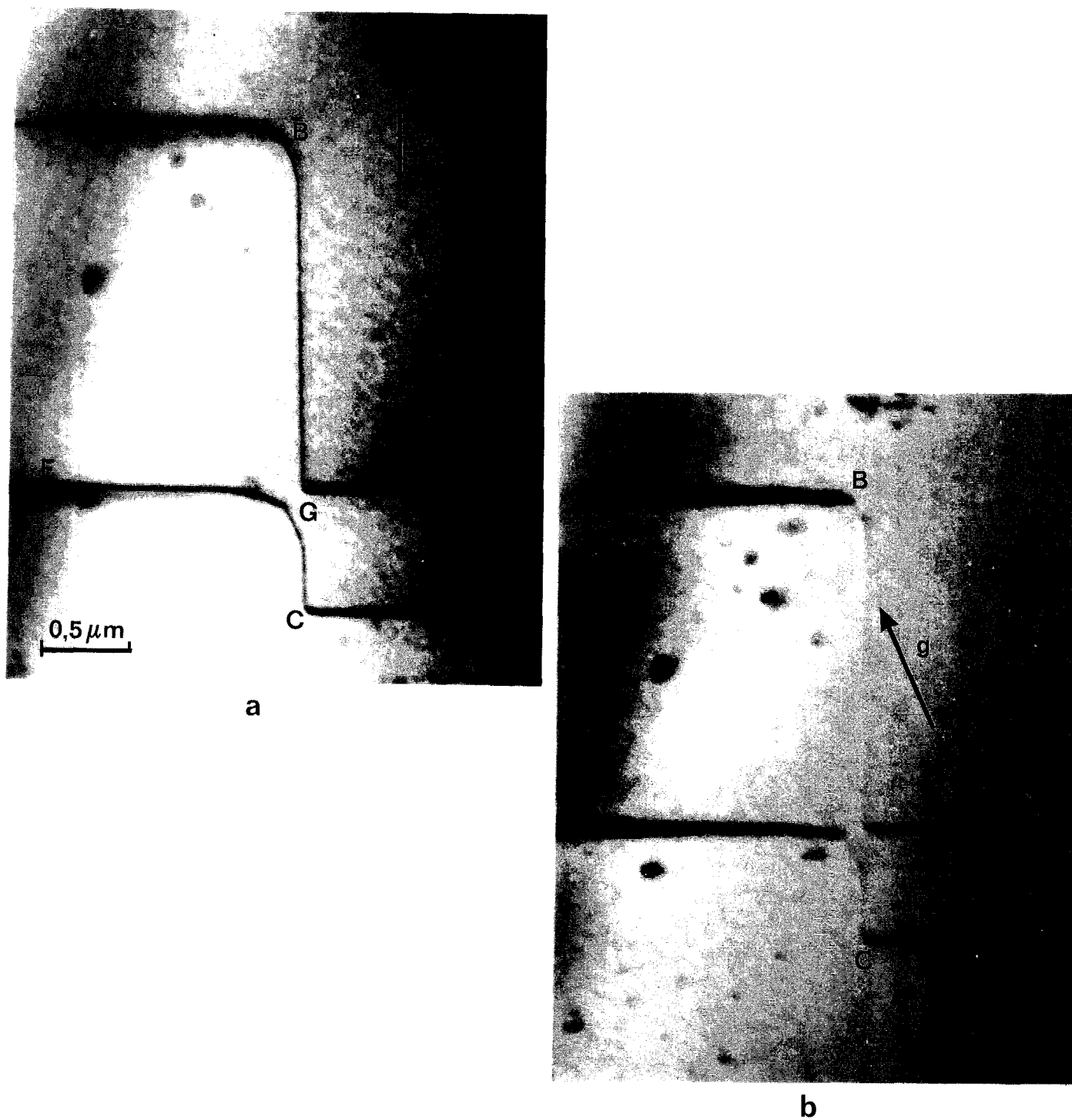


Figure III.12.: Micrographies électroniques de deux dislocations de vecteur de Burgers \mathbf{b}_3 . La dislocation ABCD a subi un double glissement dévié (en B et en C) et s'est annihilée avec la dislocation EF en G.

a - champ clair. $g = \bar{2}20$. Tous les segments de dislocation sont en contraste.

b - champ clair. $g = 2\bar{4}\bar{2}$. Les segments de dislocation parallèles à la direction $[110]$ présentent un contraste résiduel plus important que les segments parallèles à la direction $[1\bar{1}0]$.

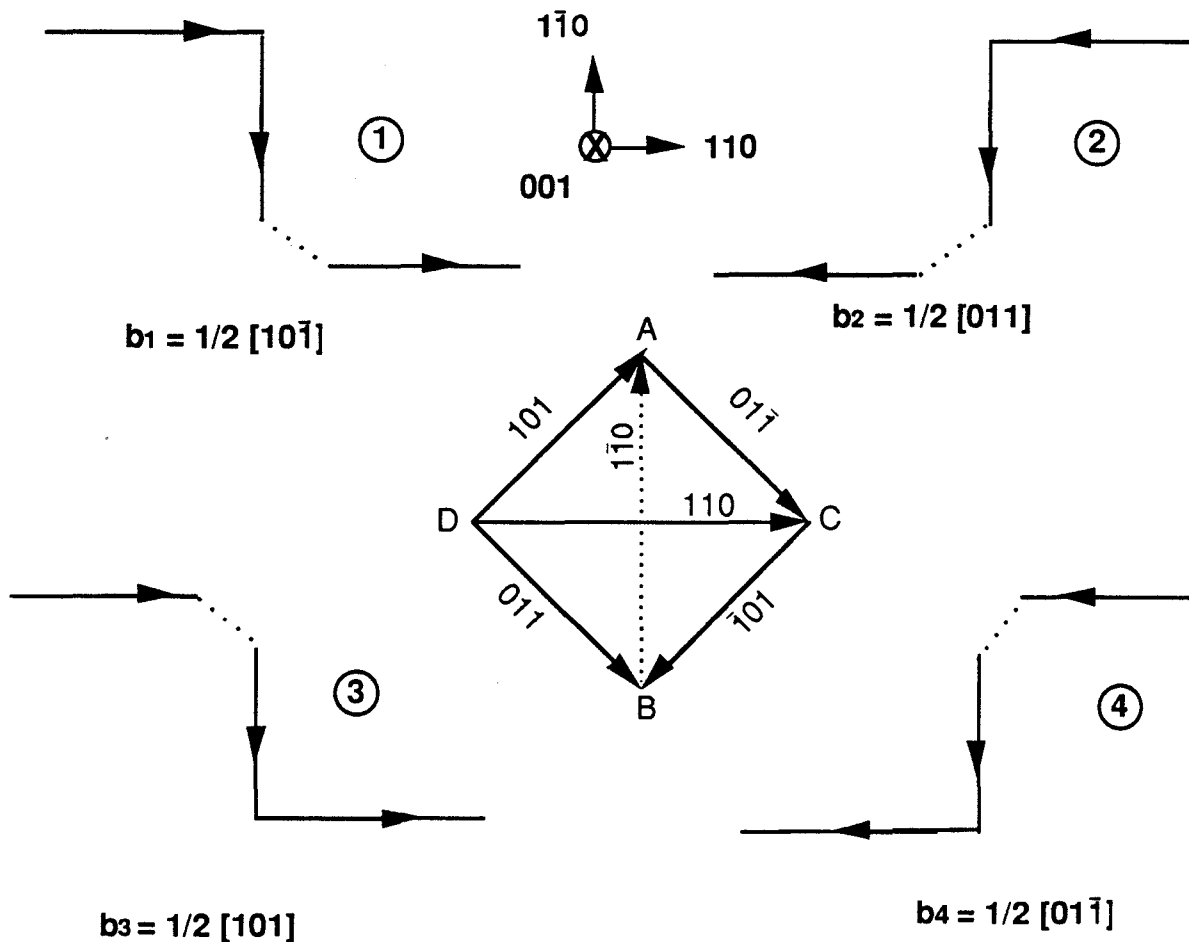
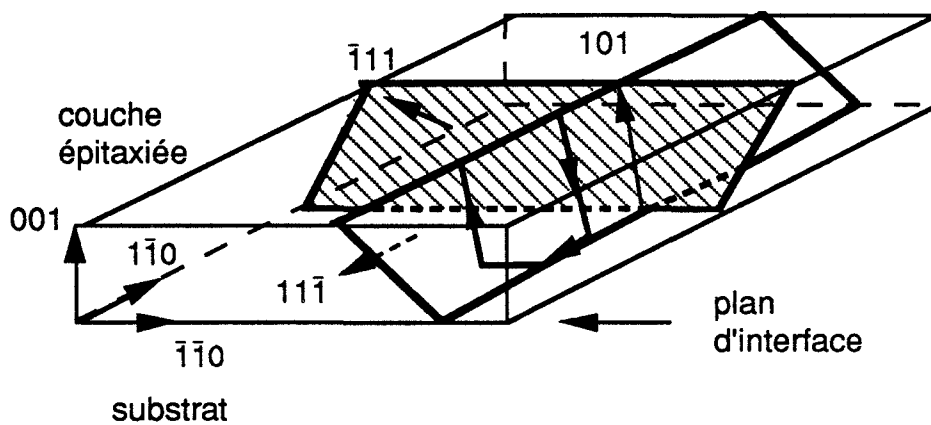
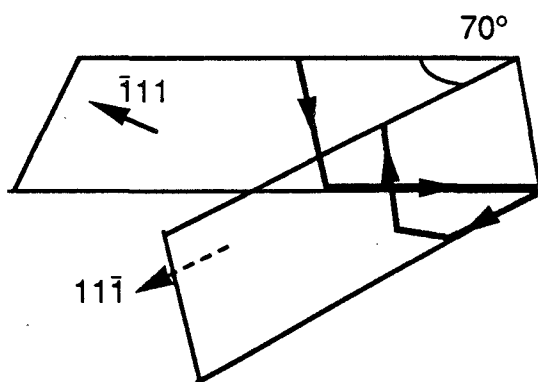


Figure III.13 : Correspondance univoque entre configuration de double glissement dévié et vecteur de Burgers. Le coin V, schématisé par la ligne en pointillés, glisse vers le substrat.

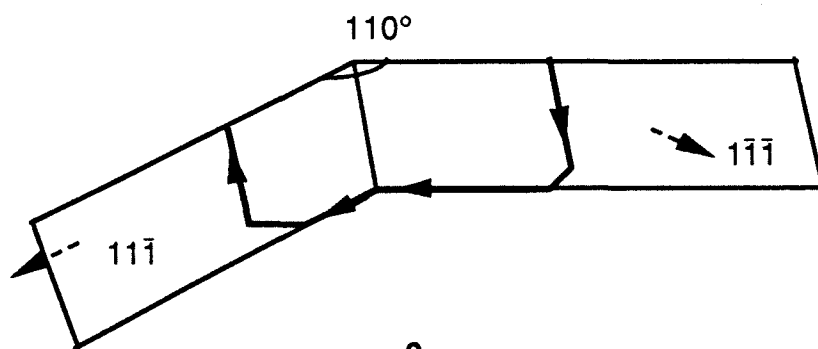
Considérons une demi-boucle de surface de vecteur de Burgers $\pm \mathbf{b}_3$ et située dans le plan $(11\bar{1})$, le sens de la normale à ce plan étant choisi comme indiqué sur la figure III.14.a, à partir de l'orientation de la ligne de cette demi-boucle. En se développant, cette demi-boucle crée à l'interface un segment de dislocation de "misfit" parallèle à la direction $[\bar{1}10]$. Pour que ce segment contribue à relaxer la contrainte, il faut que le demi-plan supplémentaire correspondant soit dirigé vers le substrat dans le cas d'une couche en compression. Dans ces conditions, le signe de son vecteur de Burgers est imposé : ce vecteur de Burgers est \mathbf{b}_3 , car dans ce cas, le vecteur demi-plan supplémentaire $\mathbf{DPS} = \mathbf{u} \times \mathbf{b}_3 = [\bar{1}10] \times 1/2 [101] = 1/2 [11\bar{1}]$ est bien dirigé vers le substrat et le segment de dislocation de "misfit" est de type α .



a



b



c

Figure III.14: Sens du glissement dévié dans une couche en compression.

Les segments vis de la demi-boucle décrite ci-dessus peuvent a priori dévier soit sur la gauche de la figure III.14.a (dans le demi-plan $(\bar{1}11)$, le signe des indices étant là encore déterminé à partir de l'orientation de la ligne de dislocation), soit sur la droite de cette figure (dans le demi-plan $(1\bar{1}\bar{1})$). Dans le premier cas, le segment de dislocation de "misfit" de direction $[\bar{1}\bar{1}0]$, créé à l'interface ne contribue pas à relaxer la contrainte (figure III.14.b) car le vecteur demi-plan supplémentaire $\mathbf{DPS} = \mathbf{u} \times \mathbf{b}_3 = 1/2 [\bar{1}11]$ est dirigé dans ce cas vers la couche épitaxiée.

Pour que le segment de dislocation de "misfit" parallèle à la direction $[110]$, créé à l'interface contribue bien à relaxer la contrainte, il faut donc que la déviation s'effectue dans le demi-plan $(1\bar{1}\bar{1})$ faisant un angle obtus avec le demi-plan de glissement primaire (figure III.14.c). Dans ce cas en effet, la ligne de dislocation est $[110]$ et le vecteur demi-plan supplémentaire $\mathbf{DPS} = \mathbf{u} \times \mathbf{b}_3 = 1/2 [1\bar{1}\bar{1}]$ est dirigé vers le substrat.

Examinons maintenant le cas du double glissement dévié et considérons pour cela de nouveau une demi-boucle hexagonale de vecteur de Burgers \mathbf{b}_3 glissant dans le plan $(11\bar{1})$ (demi-boucle $A_1B_1C_1D_1E_1$ de la figure III.15.a). Comme nous venons de le voir, le glissement dévié du segment vis D_1E_1 doit s'effectuer vers la droite dans le demi-plan $(1\bar{1}\bar{1})$ pour donner le segment D_2E_2 (figure III.15.b). Pour les mêmes raisons, le segment A_1B_1 doit dévier vers la gauche dans le demi-plan $(1\bar{1}\bar{1})$ (figure III.15.c) et on aboutit à la configuration représentée en projection (001) sur la figure III.16.a. On peut montrer de la même façon que le vecteur de Burgers \mathbf{b}_1 est compatible avec cette configuration et que par contre les vecteurs \mathbf{b}_2 et \mathbf{b}_4 ne le sont pas, car on obtient dans ce cas des segments de dislocation qui ne contribuent pas à relaxer la contrainte de la couche épitaxiée; pour ces vecteurs la configuration est celle de la figure III.16.b. Les configurations correspondantes vues sur les micrographies sont données par les figures III.16.c et III.16.d; la normale au plan de projection est dans ce cas $[00\bar{1}]$.

Nous allons montrer maintenant, à l'aide d'une analyse des forces appliquées aux segments de dislocation, que la différenciation coin droit / coin V conduit bien aux configurations de la figure III.13. Dans ce qui suit, nous ne tiendrons pas compte du segment B_1C_1 de type 60° qui doit disparaître rapidement étant donnée sa grande mobilité comparée à celle des segments vis (chapitre I).

b) analyse des forces appliquées aux segments de dislocation

Pour différencier la formation des coins V de celle des coins droits, nous utiliserons les deux hypothèses suivantes:

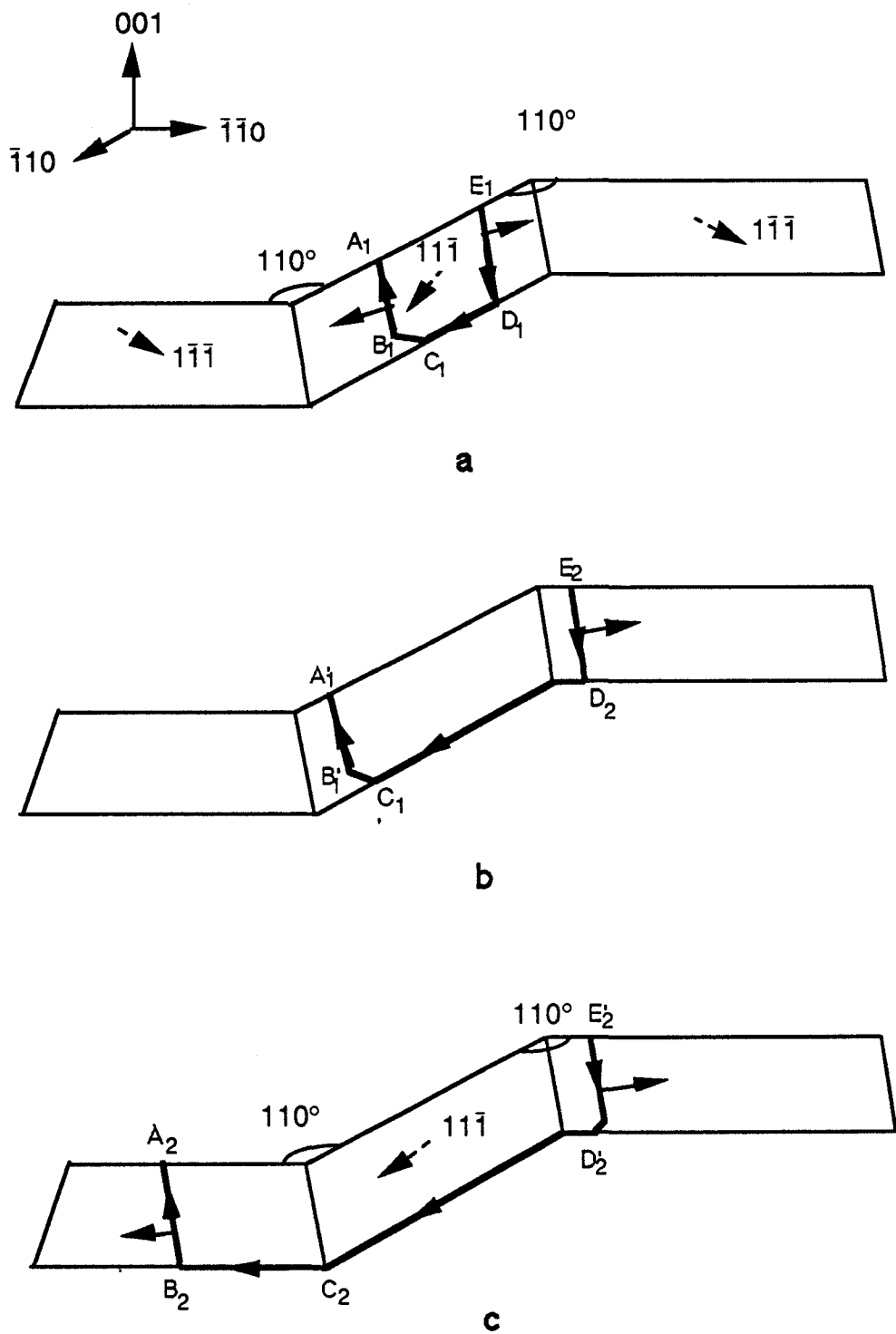


Figure III.15: Double glissement dévié dans une couche en compression (vue en perspective).

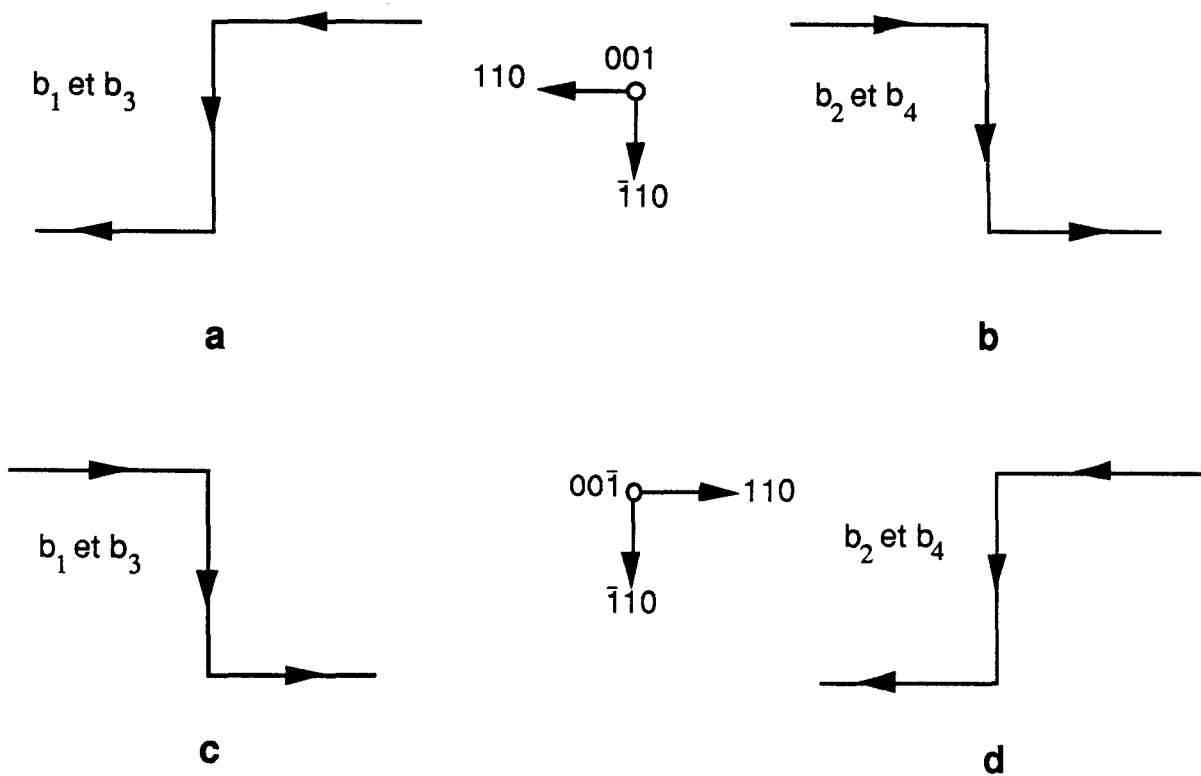


Figure III.16 : Double glissement dévié dans une couche en compression (projections (001) pour a et b, et projections (00 $\bar{1}$) pour c et d).

* nous supposons d'une part que la formation des coins V tend à diminuer la longueur totale des dislocations, de façon à diminuer l'énergie de la configuration correspondante. Il en résulte, par exemple dans le cas de la figure III.17a, que les segments AC et BC peuvent glisser vers le haut pour donner les segments AC₁ et BC₁ qui présentent une longueur inférieure aux segments précédents (tout au moins tant que les angles entre AC et AC₁ d'une part ou BC et BC₁ d'autre part restent inférieurs à 60°). Au contraire, les segments AC et BC ne peuvent pas glisser vers le bas (positions AC₂ et BC₂ de la figure III.17.b), ce qui conduirait à augmenter la longueur totale de la dislocation.

* Nous supposons d'autre part que les coins V ne peuvent se former que du côté substrat, car du côté couche épitaxiée les segments AB et BC qui les composent subissent des forces très importantes qui tendent à les plaquer dans l'interface (les contraintes dans la couche épitaxiée sont de l'ordre de 300 MPa, [tableau III. 1]).

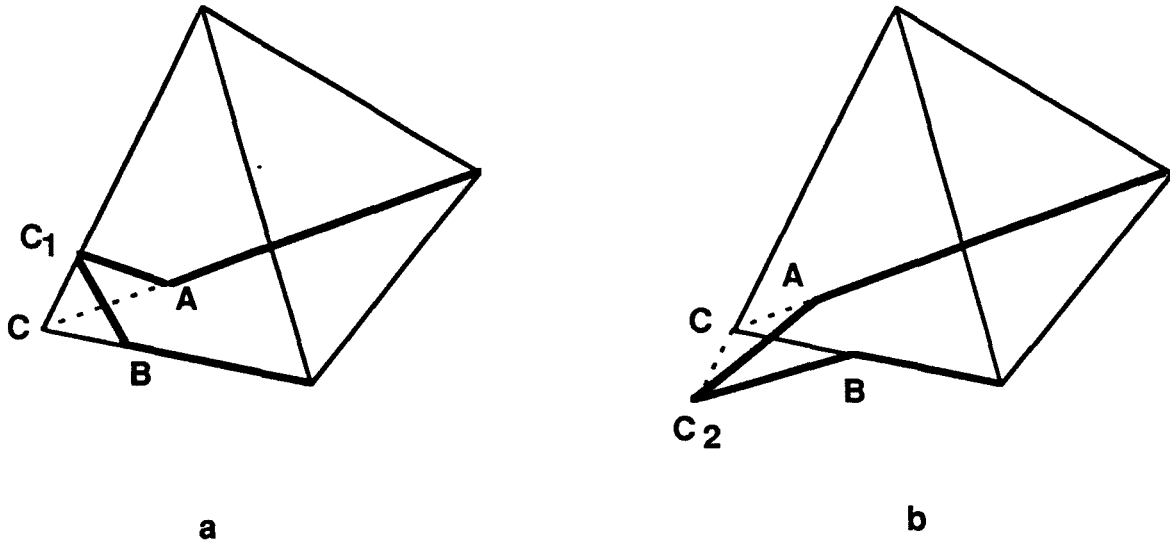


Figure III.17. : Glissement du coin V hors du plan d'interface.

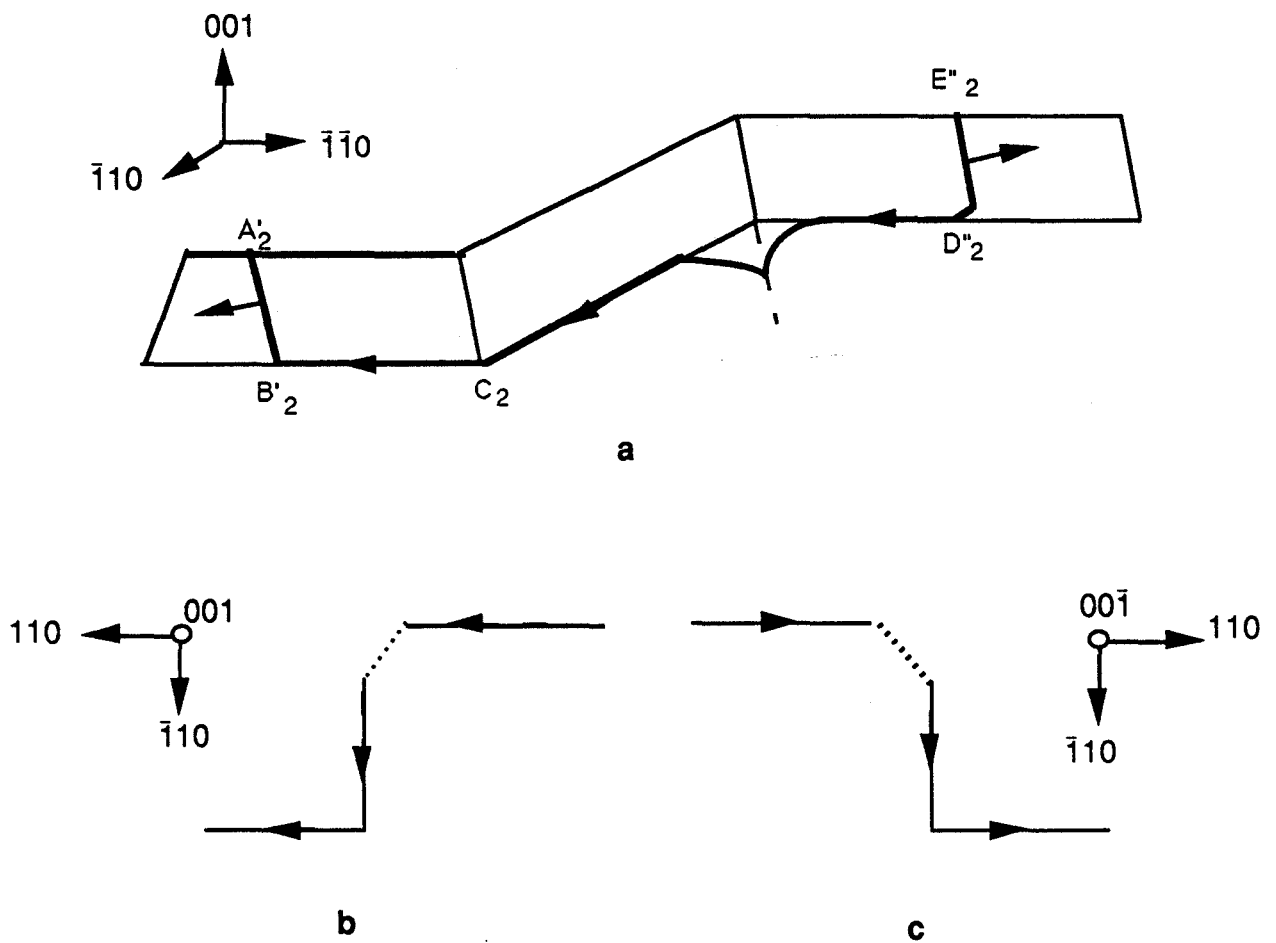


Figure III.18. : Double glissement dévié et formation des coins droits ou V.

a- vue en perspective; b- projection (001); c-projection (00 $\bar{1}$)

Dans le cas du vecteur de Burgers \mathbf{b}_3 , les deux conditions énoncées ci-dessus conduisent à la configuration de la figure III.18 qui est bien identique à la configuration 3 de la figure III.13. On peut bien entendu mettre en évidence de la même façon les trois autres correspondances univoques de cette figure.

Il reste maintenant à comprendre pourquoi le glissement des coins V dans le substrat est possible, et nous allons pour cela analyser les forces qui agissent, dans le substrat sur les segments constituant ces coins. Ces forces sont :

- la tension de ligne qui pousse le coin vers le substrat.
- les forces qui s'opposent à ce mouvement :
 1. la force de Peierls,
 2. la force F_e exercée par la contrainte de désadaptation de réseau dans le substrat
 3. la force de rappel F_r exercée par l'interface
 4. la force image F_j exercée par l'interface

Nous allons d'abord donner une estimation chiffrée de ces dernières forces (ou plus exactement des forces par unité de longueur) et des contraintes équivalentes.

1. A la température de croissance (550°C), la force de Peierls peut être considérée comme étant sans effet : il est en effet bien établi que le mouvement des dislocations dans le matériau GaAs massif n'est plus affecté par le frottement de Peierls dès que la température dépasse 350°C [15, 16].

2. la contrainte de désadaptation de réseau existant dans le substrat a été calculée précédemment (équation (2), tableau III.1) . Elle vaut 0,11 MPa dans le cas de l'échantillon B, ce qui correspond à une force F_e/l de $4,4 \times 10^{-5}$ N/m.

3. La force de rappel F_r exercée par l'interface peut être calculée à partir des résultats de Gutkin et al. [17] d'une part, et de Junqua et Grilhé [18] d'autre part. Cette force résulte de l'attraction de la dislocation située dans le substrat par un ensemble de dislocations fictives introduites à l'interface pour rendre compte de la cohérence des deux cristaux situés de part et d'autre de cette interface. Elle a pour expression [18] :

$$F_r/l = \frac{\mu b b_c}{4(1-\nu)d} \left[\frac{6-5A-B}{\tanh(q)} + \frac{2(A-1)}{\tanh(q)} \left(1 + \frac{\pi q}{\sinh^2(q)} \right) \right] \quad (3)$$

avec $q = r / a_s$

r : distance entre l'interface et la dislocation qui glisse dans le substrat

a_s : paramètre cristallin du substrat

d : distance moyenne entre les dislocations à 60° dans le plan de l'interface

b : le module du vecteur de Burgers et b_c sa partie coin

avec $A = \frac{1-\Gamma}{1+a\Gamma}$, $B = \frac{a(1-\Gamma)}{a+\Gamma}$, $a = 3 - 4\nu$, $\Gamma = \frac{\mu_1}{\mu_0}$, $\mu \sim \mu_1 \sim \mu_0$, μ_1 et μ_0 étant les

modules élastiques respectifs de la couche épitaxiée et du substrat. Si on considère une distance r de l'ordre de 100 nm, on a $q \gg 1$ et on retrouve l'expression de F_r/l donnée par Gutkin et al [17], soit

$$F_r/l \sim \frac{\mu b b_c}{4(1-\nu)d} (4 - 3A - B) \quad (4)$$

Dans le cas du système $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$, si l'on admet que le module élastique de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ peut être calculé par extrapolation linéaire à partir des modules de GaAs et InAs [19], on trouve, par exemple pour $x = 0,04$, une valeur de Γ égale à 0,98, ce qui conduit à des valeurs de $A = 7,6 \times 10^{-3}$ et $B = 1,3 \times 10^{-2}$ petites devant 1.

On trouve donc finalement :

$$F_r/l \sim \frac{\mu b b_c}{(1-\nu)d} \quad (5)$$

Si on prend en compte la valeur de r précédente ($r = 100$ nm), une distance moyenne entre dislocations d'interface $d = 2\mu\text{m}$ (distance évaluée localement à partir de la micrographie de la figure III.11), les valeurs du module de cisaillement μ et du coefficient de Poisson ν calculées à partir des constantes élastiques isotropes, soit $\mu = 32,5$ GPa et $\nu = 0,311$, on trouve $F_r/l = 1,9 \times 10^{-3}$ N/m, soit une contrainte équivalente de 4,7 MPa.

4 . La force image F_i exercée par l'interface tient compte de la répulsion exercée par les autres dislocations de "misfit" et du fait que lorsque les modules élastiques des matériaux situés de part et d'autre de cette interface sont différents, les dislocations de désadaptation de réseau sont repoussées dans le matériau possédant le module élastique le plus bas. Ceci a pu être vérifié dans le cas du système $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}$ par microscopie électronique en haute résolution [20]. Dans le cas du système $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}/\text{GaAs}$, comme nous l'avons vu ci-dessus, c'est le matériau ternaire qui possède le module élastique le plus bas et la force image a donc tendance à rappeler, vers l'interface, toute dislocation située dans le substrat. Cette force image a pour expression [18] :

$$F_i / l = - \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)d} \left[\frac{-\pi(3A+B)}{\tanh(\pi q')} + \frac{4A\pi^2 q'}{\sinh^2(\pi q')} - \frac{2A\pi^3 q'^2 \cosh(\pi q')}{\sinh^3(\pi q')} \right] \quad (6)$$

avec $q' = 2r/d$

d : distance moyenne entre les dislocations à 60° dans le plan de l'interface

r : distance entre l'interface et la dislocation qui glisse dans le substrat

Si on prend les mêmes valeurs que précédemment pour r et d , soit $r = 100$ nm et $d = 2$ μ m, on trouve $F_i / l = 3,36 \times 10^{-5}$ N/m, soit une contrainte équivalente de 0.08 MPa.

La force image exercée par l'interface, la force exercée par la contrainte de désadaptation de réseau dans le substrat et la force de Peierls sont donc négligeables devant la force de rappel exercée par l'interface.

Pour obtenir la position d'équilibre AC_0B du coin, définie par la position du point C_0 situé sur l'arête (figure III.19), il suffit d'écrire les équations classiques de la mécanique. Le problème est paramétré par la longueur l_0 du segment glissant vers le substrat et l'angle α que fait ce segment avec la position initiale qu'il occupait dans l'interface.

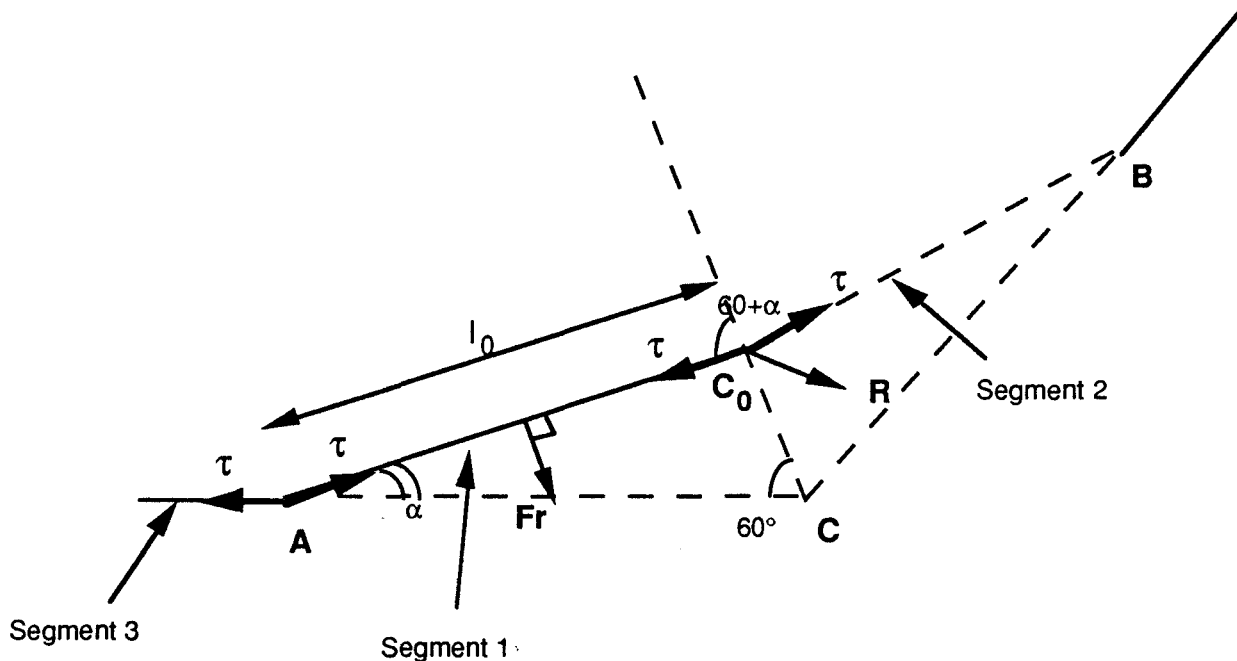


Figure III.19 : Détermination de la position d'équilibre du coin V.

* la résultante des forces exercées sur chacun des segments doit être nulle. La configuration étant symétrique par rapport à l'arête, on peut écrire la condition d'équilibre pour un seul de ces segments, soit par exemple pour le segment AC_0 , soit :

$$\tau_3 + \tau_1 + l_0 F_r / l + R + \tau_2 - \tau_1 = 0 \quad (7)$$

où τ_i représente la tension de ligne du ième segment de dislocation (de module τ), R est la réaction en C_0 qui équilibre la résultante des forces perpendiculaires au plan de glissement (composante de montée).

On obtient en projetant sur l'arête:

$$(l_0 F_r / l) \cos(30^\circ - \alpha) - \tau \cos(60^\circ) - \tau \cos(60^\circ + \alpha) = 0 \quad (7')$$

* la résultante des moments par rapport au point C_0 doit également être nulle.

Les seules forces qui interviennent sont la force de rappel sur le segment de longueur l_0 soit $l_0 F_r / l$ et la tension de ligne τ_3 , les autres forces présentant un moment nul. On écrit donc :

$$M(l_0 F_r / l) + M(\tau_3) = 0 \quad (8)$$

La résultante est parallèle à la normale au plan de glissement, ce qui donne en projetant sur cette axe:

$$(l_0 F_r / l) l_0 / 2 - \tau_3 l_0 \sin(\alpha) = 0 \quad (8')$$

Nous avons considéré ici la force de rappel comme étant constante, ce qui nous permet de considérer que la force $l_0 F_r / l$ est appliquée au centre du segment AC_0 .

On obtient alors un système de deux équations à deux inconnues, qu'on peut écrire plus simplement en posant $\beta = 60^\circ + \alpha$:

$$(l_0 F_r / l) \sin(\beta) - \tau [1/2 + \cos(\beta)] = 0 \quad (7'')$$

$$(l_0 F_r / l) l_0 / 2 - \tau l_0 \sin(\beta - 60^\circ) = 0 \quad (8'')$$

En éliminant le paramètre l_0 dans l'équation (7''), on trouve une équation ne dépendant que de β :

$$2 \sin(\beta) \sin(\beta - 60^\circ) - [1/2 + \cos(\beta)] = 0 \quad (7''')$$

La résolution de cette équation nous conduit à une valeur de $\beta = 80^\circ$, soit $\alpha = 20^\circ$.

On en déduit alors

$$l_0 = \frac{2\tau \sin(\beta - 60^\circ)}{F_r / l} = 2(1-\nu) d \sin(20^\circ) \quad (9)$$

avec $\tau = \frac{\mu b^2}{2}$ comme valeur de tension de ligne [21]. En prenant comme précédemment $d = 2\mu\text{m}$, on obtient $l_0 = 0,94 \mu\text{m}$. Ceci correspond à une longueur

projetée dans l'interface de 1 μm . Or les longueurs projetées mesurées pour les coins V de nos micrographies sont plutôt de l'ordre de 0,2 μm .

Cette différence peut être expliquée en partie par le fait que la force de rappel F_r/l a été prise constante le long du segment AC_0 , ce qui n'est valable que tant qu'on ne se rapproche pas trop de l'interface [18].

Cette différence peut être due également au fait que le calcul d'équilibre proposé ci-dessus n'est valable que pour une couche épitaxiée reposant sur un substrat beaucoup plus épais et donc pratiquement non contraint, alors que les mesures des longueurs l_0 ont été réalisées sur des lames minces pour lesquelles la couche épitaxiée et le substrat ont des épaisseurs comparables. La force F_e exercée par la contrainte de désadaptation de réseau dans le substrat n'est alors sans doute plus négligeable devant la force de rappel F_r et la relation (9) doit être remplacée par l'expression suivante :

$$l'_0 = \frac{2\tau \sin(\beta - 60^\circ)}{F_r/l + F_e/l}$$

ce qui ne peut conduire qu'à une valeur de l'_0 inférieure à $l_0 = 0,94 \mu\text{m}$.

On remarquera finalement que la correspondance univoque entre configuration de dislocation et vecteur de Burgers de la figure III.13 permet, même dans le cas d'une déviation simple (ce qui représente la majorité des déviations vues sur la micrographies électroniques), de déterminer sans ambiguïté le vecteur de Burgers de la dislocation de désadaptation à partir de la position du coin droit seul (ou du coin dévié seul) .

III. 3. 2. γ . Influence de la dissociation

La dissociation des dislocations à 60° a été mise en évidence dans le système $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}/\text{GaAs}$ par microscopie électronique en transmission, soit par la technique du faisceau faible [22,23], soit par la technique de haute résolution [24]. La largeur du ruban de faute d'empilement est de l'ordre de 6nm, largeur qui est tout à fait comparable à celles mesurées dans le cas de GaAs massif [25,26].

Puisque la dissociation peut avoir une influence d'une part sur la déviation et d'autre part sur le glissement du coin V dans le substrat, nous allons maintenant étudier séparément ces deux cas.

a) Influence de la dissociation sur la déviation

Revenons à la demi-boucle de vecteur de Burgers $\mathbf{b}_s = 1/2 [101]$ (ou DA suivant la notation de Thompson) de la figure III.14. Elle se dissocie dans son plan primaire $(11\bar{1})$ selon la réaction :

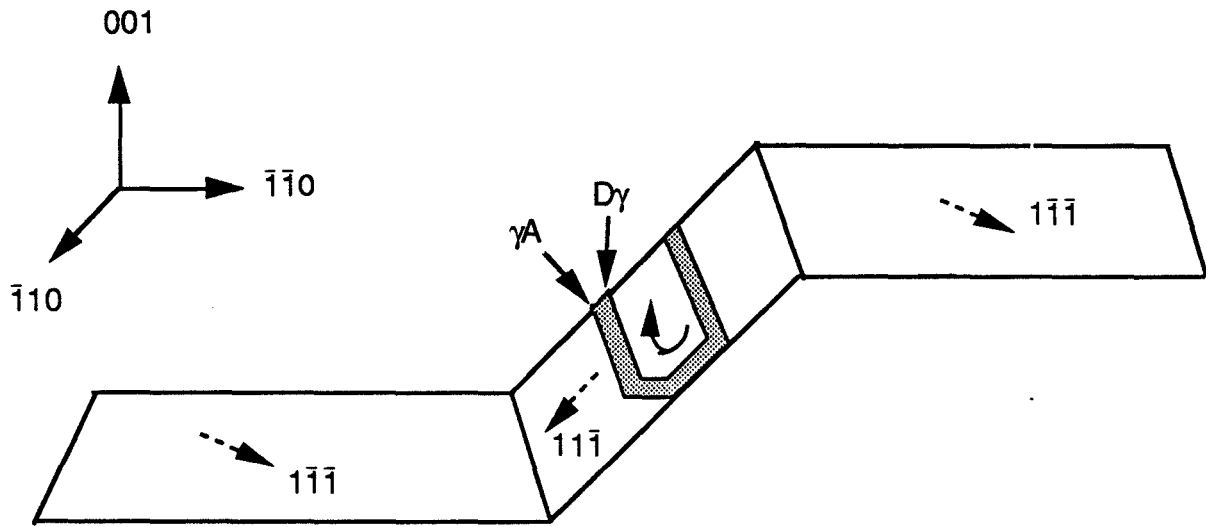
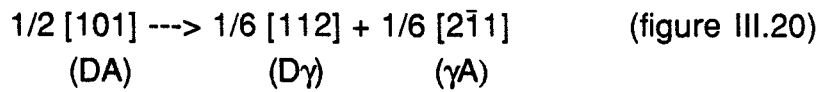


Figure III.20. Dissociation d'une demi-boucle de vecteur de Burgers b_3 dans le plan de glissement primaire ($11\bar{1}$).

L'ordre des partielles indiqué sur la figure III.20 est imposé par le fait que, la couche épitaxiée étant en compression, les demi-plans supplémentaires sont dirigés vers le substrat [27]. Il en résulte que la partielle à 90° ($D\gamma$) est située au dessus de la partielle à 30° (γA) dans le plan de l'interface, comme indiqué sur les figures III.20 et III.21.

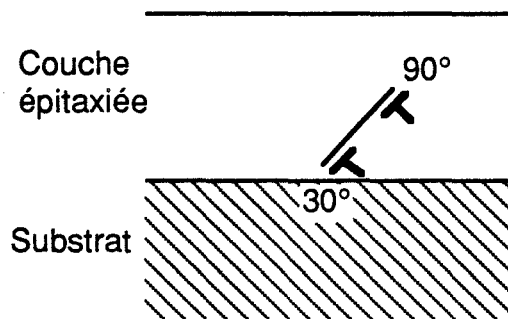
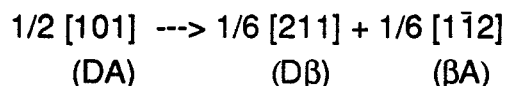


Figure III.21. Positions relatives des partielles constituant une dislocation de désadaptation de réseau à 60° au voisinage de l'interface d'une hétérostructure dont la couche est en compression (cas d'une faute d'empilement intrinsèque).

Dans le plan de déviation ($1\bar{1}\bar{1}$), la dislocation DA se dissocie suivant la réaction:



L'ordre des partielles peut être déterminé à partir du sens de la déviation : puisque la déviation s'effectue dans le demi-plan ($1\bar{1}\bar{1}$) qui fait un angle obtus avec le demi-plan de glissement primaire ($11\bar{1}$) de façon à produire une dislocation qui relaxe la contrainte épitaxiée, l'ordre des partielles nous est encore donné par la figure III.20, c'est à dire que la partielle de tête est une dislocation à 30° (soit $D\beta$). Ceci peut être vérifié sur la figure III.22, projection selon la direction $[101]$. Considérons le segment de dislocation vis de la demi-boucle, de direction $[\bar{1}0\bar{1}]$, situé à droite sur la figure III.20. La dislocation partielle de tête (γA) est de type 30β tandis que la partielle de queue ($D\gamma$) est de type 30α . Avant déviation, cette dislocation glisse dans le demi-plan primaire ($11\bar{1}$) vers la droite de la figure III.22; après déviation, elle glisse dans le demi-plan ($1\bar{1}\bar{1}$), vers le bas de cette figure. Ces deux demi-plans sont symétriques par rapport au plan (010) qui n'est pas un plan de symétrie pour la structure cristallographique de la sphalérite. Par contre le plan $(10\bar{1})$ est un plan de symétrie de cette structure qui fait correspondre les demi-plans ($11\bar{1}$) et ($\bar{1}11$) et les demi-plans supplémentaires (DPS) des dislocations partielles glissant dans ces demi-plans. On en déduit donc la position des partielles après déviation dans le demi-plan ($1\bar{1}\bar{1}$) opposé à ($\bar{1}11$) : la partielle de tête ($D\beta$) est encore de type 30α . La déviation n'inverse pas la nature des partielles de tête et de queue et il n'y a donc pas d'influence de la dissociation sur la déviation.

b) Influence de la dissociation sur le glissement du coin dans le substrat.

L'influence de la dissociation sur le glissement des coins vers le substrat ou la couche épitaxiée a été auparavant étudiée en détail par A. Lefebvre et al. [13]. Nous en rappelons ici l'essentiel.

La déviation de la boucle primaire conduit à la formation d'une stair-rod parallèle à la direction $[101]$, intersection des deux plans de dissociation. Le vecteur de Burgers de la stair-rod est $\gamma\beta/DA = 1/3[0\bar{1}0]$. (figure III.23). Le caractère sessile de cette dislocation permet de rendre compte de l'asymétrie des configurations observées (coins droits ou coins V). En effet, les partielles de queue $D\gamma$ et βA sont de caractère 90° tandis que les partielles de tête $A\gamma$ et $D\beta$ sont de type 30° . On sait d'une part que les partielles de caractère 90° sont plus mobiles que les partielles à 30° (chapitre I) et d'autre part que cette différence de mobilité entre les partielles à 90° et à 30° peut entraîner une modification de largeur du

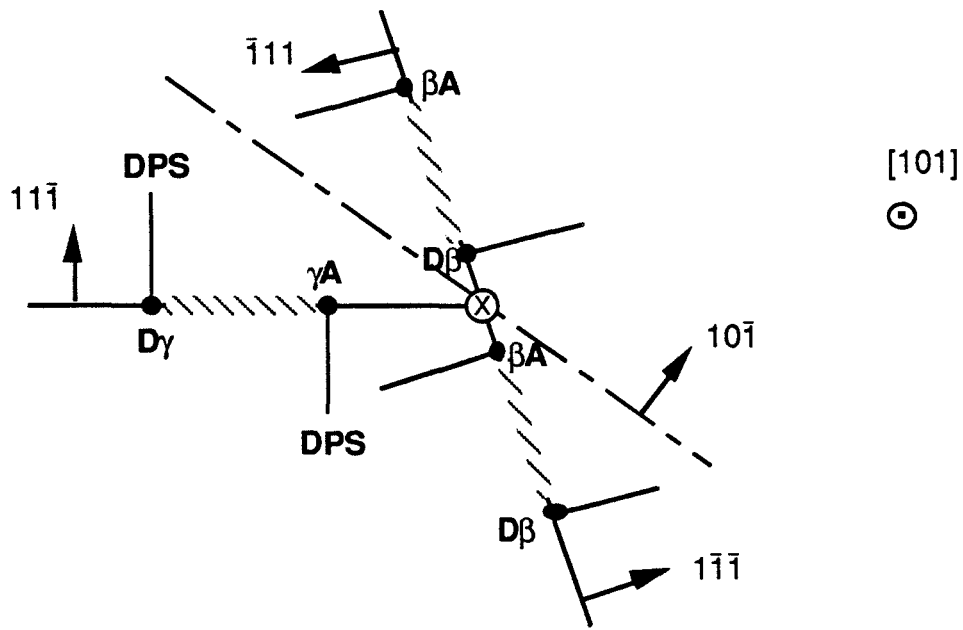


Figure III.22: Détermination de l'ordre des partielles après glissement dévié.

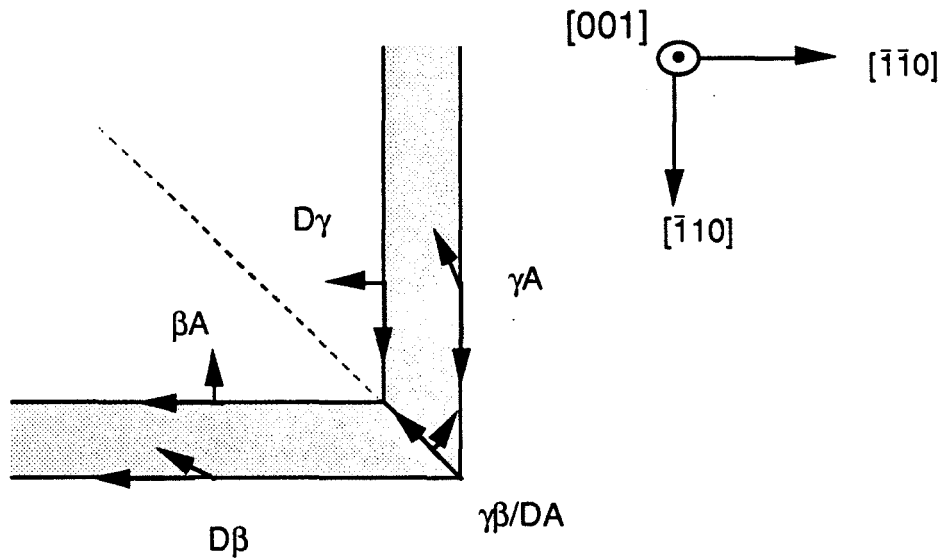


Figure III.23.: Dislocation stair rod à l'intersection de deux dislocations dissociées perpendiculaires et de même vecteur de Burgers $b_3 = DA$.

ruban de faute d'empilement, si les contraintes sont suffisamment grandes (de l'ordre de quelques centaines de MPa) [28].

Dans ces conditions, dans le cas où la réduction de longueur de la ligne de dislocation se fait par glissement du coin vers la couche épitaxiée, la partielle à 90° se trouvant en tête, on s'attend à un élargissement du ruban de faute; la stair-rod

est alors conservée et le glissement vers la couche est de ce fait impossible (figure III.24, partie gauche). Par contre, dans le cas où pour réduire sa longueur le coin doit glisser vers le substrat, la partielle à 90° se trouve maintenant en queue et il peut alors y avoir recombinaison des partielles. Le glissement des parfaites vers le substrat est alors réalisable pour conduire à la configuration de coin V observée (figure III.24, partie droite).

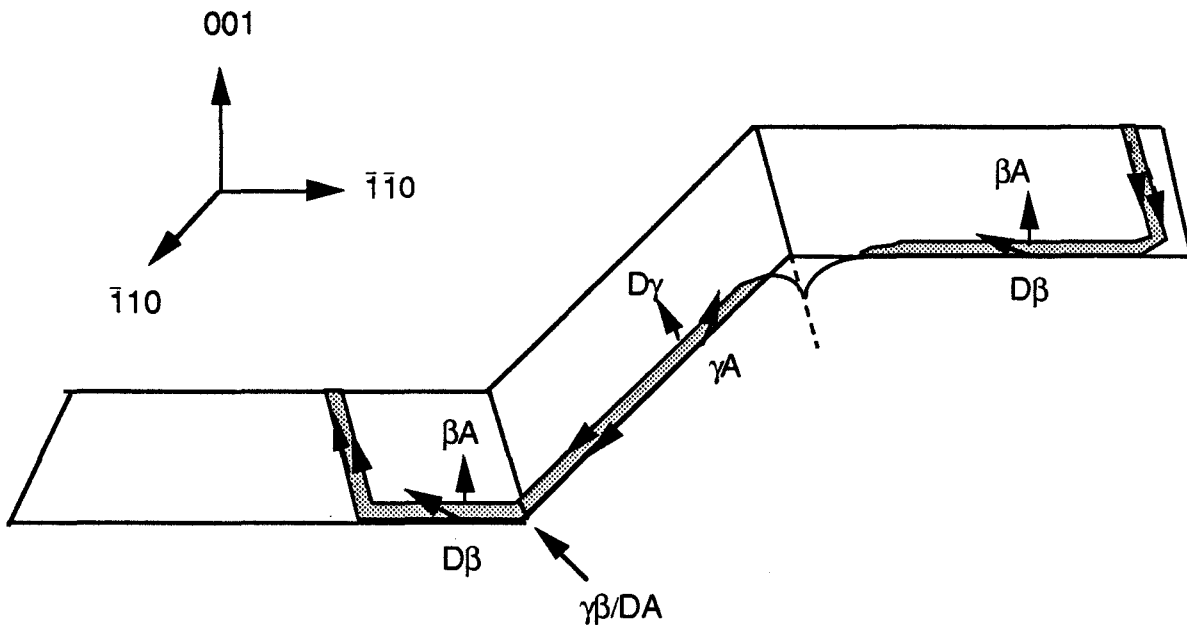


Figure III.24.: double glissement dévié affectant la demi-boucle de la figure III.20.

III. 4. INTERACTIONS ENTRE DISLOCATIONS DE DESADAPTATION DE RESEAU ET DISLOCATIONS EMERGENTES

La figure III.8 montre en (b) une dislocation de "misfit" parallèle à la direction $[110]$ qui, à la rencontre d'une autre dislocation de misfit qui lui est perpendiculaire, présente un contraste oscillant. La présence de ce contraste oscillant montre que le segment de dislocation correspondant est incliné par rapport au plan de la lame et qu'il sort donc de l'interface. La surface d'émergence de ce segment peut être déterminé de la façon suivante [29] :

- lorsque le contraste noir-blanc du contraste oscillant au niveau de l'émergence est identique en champ clair et en champ noir pour un même vecteur de diffraction, l'émergence est située sur la surface d'entrée des électrons

- inversement, lorsque les contrastes en champ clair et en champ noir sont pseudo-complémentaires, l'émergence est située sur la surface de sortie des électrons.

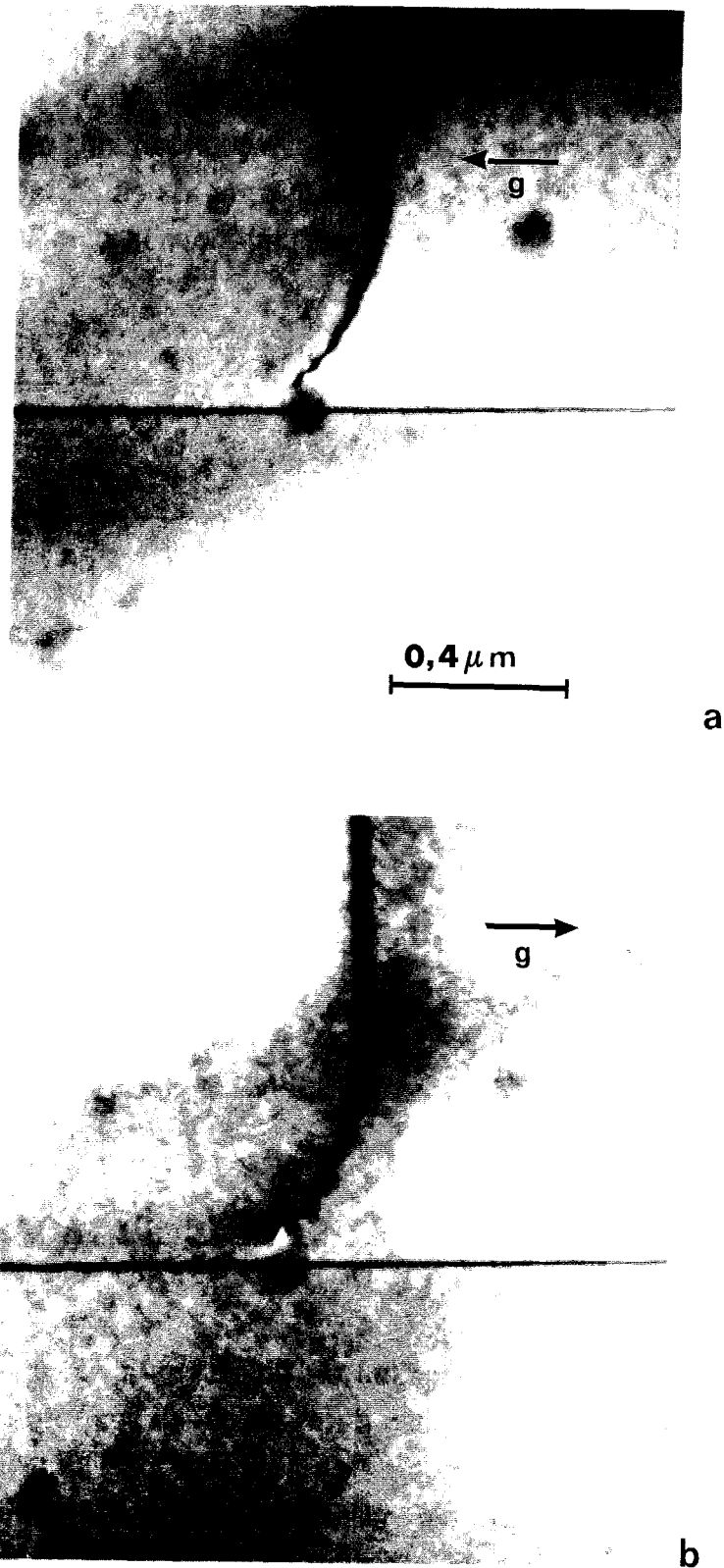


Figure III.25. : *Interaction répulsive entre une dislocation de désadaptation de réseau et une dislocation émergente présentant un contraste oscillant.*

a- *champ clair. $g = 2\bar{2}0$.*

b- *champ noir. $g = \bar{2}20$.*

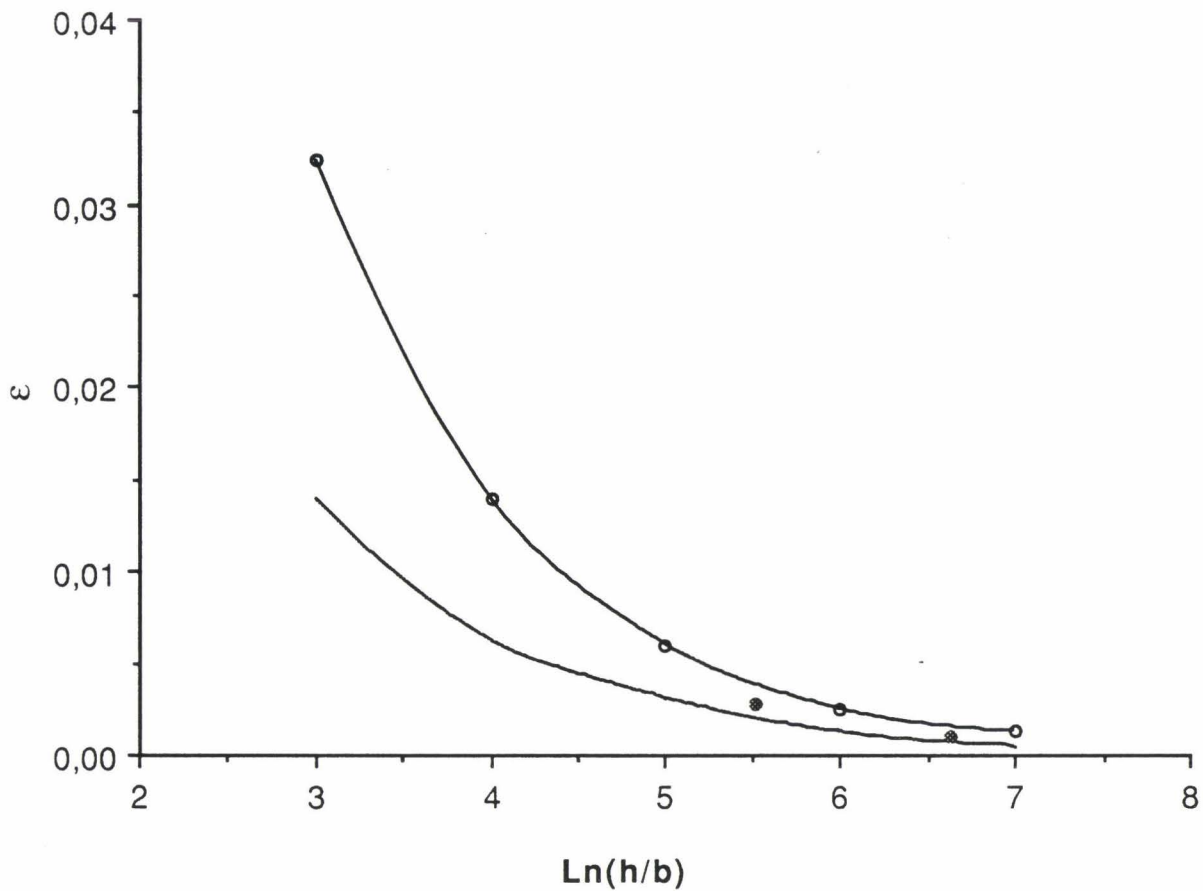


Figure III.26.: Courbes de déformation ε_0 en fonction de l'épaisseur h de la couche épitaxiée

(● : point représentatif de notre échantillon B).

- cas de l'épaisseur critique de Matthews [1] (—)

- cas du critère de blocage de Freund [31] (—○—)

Les micrographies de la figure III.25 montrent que le contraste oscillant s'inverse quand on passe du champ clair (+ g) au champ noir (- g) : l'émergence est donc située sur la surface d'entrée des électrons, qui correspond bien au côté couche épitaxiée de l'échantillon (figure II.2).

Ce type d'observation a été réalisé précédemment dans le système SiGe/Si par Hull et al. [30] et interprété par Freund [31] comme étant le résultat d'une interaction répulsive entre le segment émergent qui glisse sous l'effet de la contrainte de désadaptation et la dislocation de "misfit" qui lui est perpendiculaire. En effet, cette interaction peut annuler, au voisinage de l'interface, la force de glissement sur la dislocation émergente, obligeant la partie supérieure de cette dislocation (proche de la surface libre) à glisser dans un canal d'épaisseur plus faible que l'épaisseur de la couche épitaxiée. A partir de cela, Freund a proposé un critère de blocage des dislocations émergentes : ces dislocations sont bloquées

lorsque l'épaisseur du canal est inférieure à l'épaisseur critique correspondant à la désadaptation réduite par la présence de la dislocation de "misfit". Ce critère de blocage est illustré à l'aide de la courbe de désadaptation ε_0 en fonction du logarithme de l'épaisseur h de la couche, normalisée au moyen du module b du vecteur de Burgers (figure III. 26).

Pour une déformation ε_0 donnée, le blocage des dislocations émergentes intervient pour une épaisseur de couche comprise entre l'épaisseur critique au sens de Matthews (courbe en trait plein) et l'épaisseur calculée à l'aide du critère de blocage de Freund (courbe faisant apparaître certains points).

On remarque que les caractéristiques de la couche étudiée (représentées par le point noir de la figure III.26, situé entre les deux courbes) obéissent à ce critère de blocage, ce qui est compatible avec nos observations.

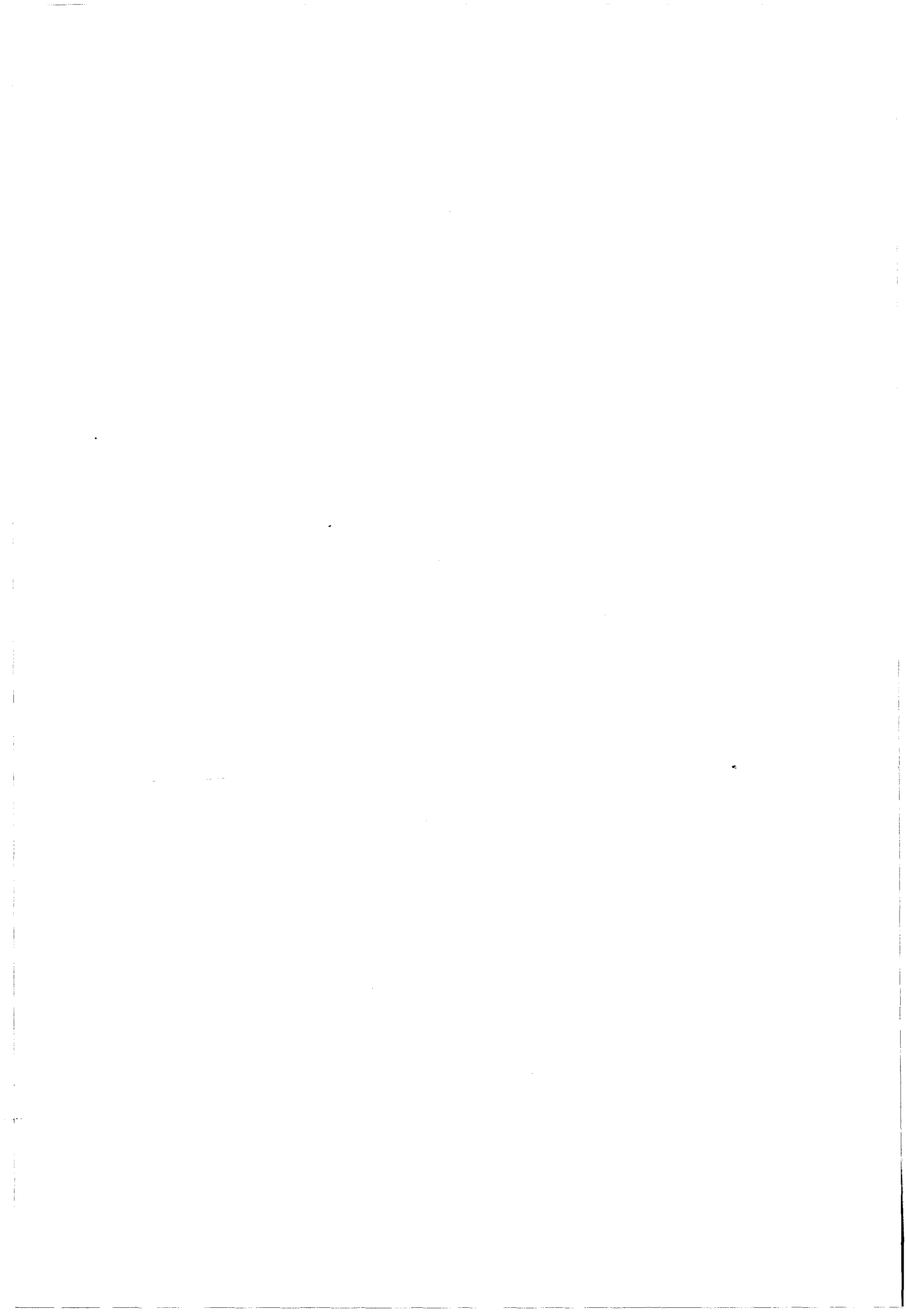
III. 5. CONCLUSION

Les premiers stades de la relaxation plastique sont caractérisés par la génération à l'interface de dislocations de "misfit" parallèles à $[1\bar{1}0]$ (et donc de type α), provenant du glissement de demi-boucles de surface ou de la courbure à l'interface des répliques. Suite à la déviation des segments vis émergents reliés aux dislocations de "misfit" α , les dislocations de "misfit" de type β apparaissent dans la direction $[110]$. La configuration résultant du glissement dévié est constituée de deux dislocations à angle droit, dont le coin est soit droit, soit de type V; il s'agit dans ce dernier cas, d'un coin droit ayant glissé vers le substrat sous l'effet de la tension de ligne. Enfin, cette configuration est caractéristique du vecteur de Burgers de la dislocation et elle en permet donc l'identification rapide.

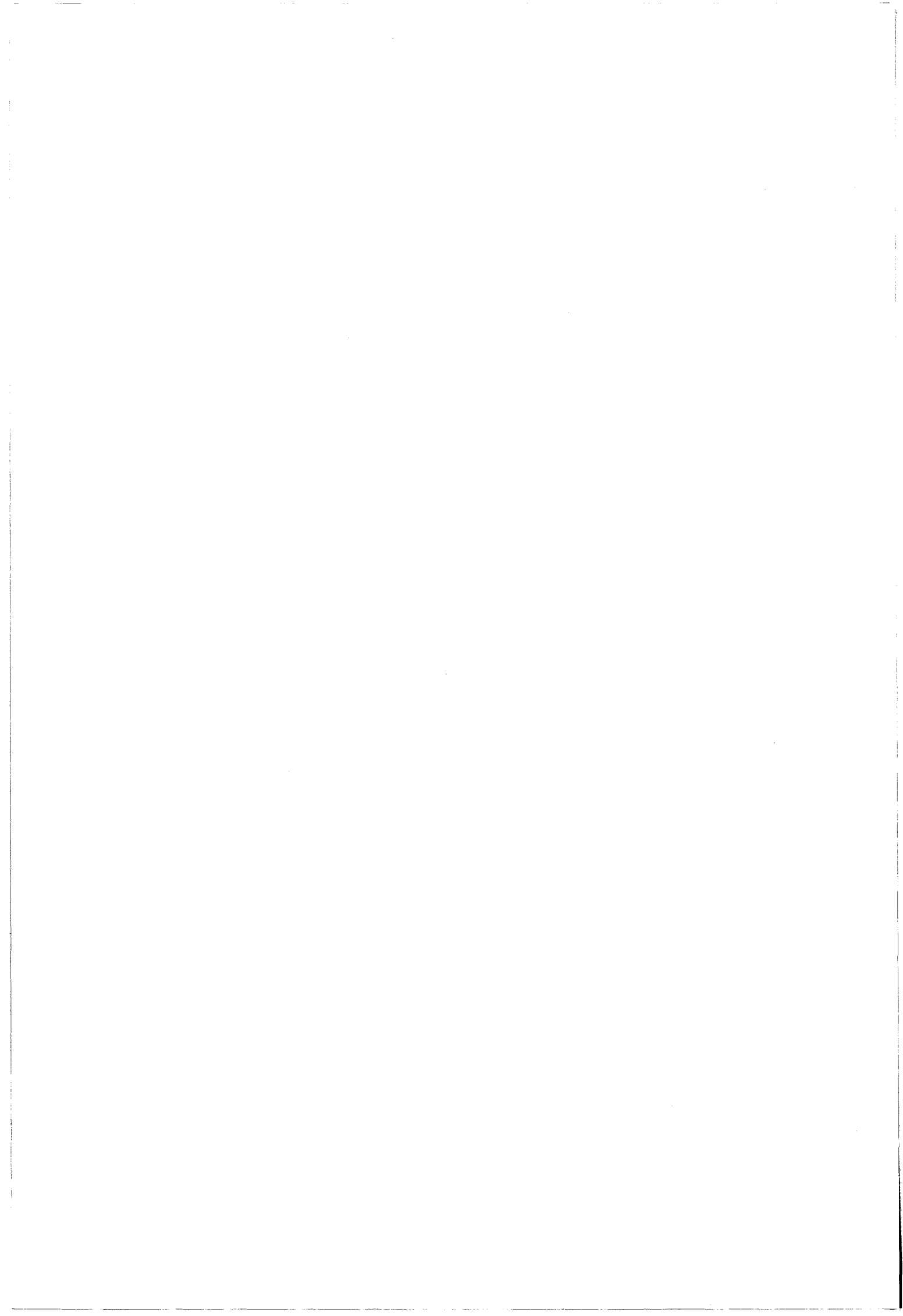
Lorsque le taux de relaxation augmente, les interactions entre dislocations émergentes reliées aux dislocations de "misfit" et dislocations de "misfit" perpendiculaires peuvent être telles qu'elles s'opposent au glissement des segments émergents, qui restent ainsi dans la couche épitaxiée. Ce mécanisme de blocage quantifié par Freund, ne s'applique que lorsque l'épaisseur de la couche est insuffisante pour passer l'obstacle.

Références du chapitre III

- [1] J. W. Matthews, *J. Vac. Sci. Technol.* **12**, 126 (1975)
- [2] J. F. Petroff and M. Sauvage, *J. Cryst. Growth*, **43**, 628 (1978)
- [3] J. W. Matthews, in *Epitaxial Growth*, edited by J. W. Matthews, Academic Press New York, Part B, chap. 8 (1975)
- [4] C. J. Humphreys, D. M. Maher, D. J. Eaglesham and I. G. Salisbury, *Proc. Microsc. Semicond. Mater. Conf.*, Oxford, 10 (1989)
- [5] E. A. Fitzgerald, G. P. Watson, R. E. Proano, D. G. Ast, P. D. Kirchner, G. D. Pettit and J. M. Woodall, *J. Appl. Phys.* **65**, 2220 (1989)
- [6] J. W. Matthews and A. E. Blakeslee, *J. Cryst. Growth*, **27**, 118 (1974)
- [7] R. Hull, J. C. Bean, F. Cerdeira, A. T. Fiory and J. M. Gibson, *Appl. Phys. Lett.* **48**, 56 (1986).
- [8] E. A. Fitzgerald, D. G. Ast, Y. Ashizawa, S. Akbar and L. F. Eastman, *J. Appl. Phys.* **64**, 2473 (1988)
- [9] K. L. Kavanagh, M. A. Capano, L. W. Hobbs, J. C. Barbour, P. M. J. Marée, W. Schaff, J. W. Mayer, D. Pettit, J. M. Woodall, J. A. Stroschio and R. M. Feenstra, *J. Appl. Phys.*, **64**, 4843 (1988).
- [10] S. K. Choi, M. Mihara and T. Ninomiya, *Jap. J. Appl. Phys.* **16**, 737 (1977)
- [11] N. Hamaguchi, T. P. Humphreys, D. J. Moore, C. A. Parker, S. M. Bedair, J. C. L. Tarn, B. L. Jiang, N. El-Masry, Z. J. Radzimski and G. A. Rozgonyi, *J. Cryst. Growth* **93**, 449 (1988)
- [12] Z. J. Radzimski, B. L. Jiang, G. A. Rozgonyi, T. P. Humphreys, N. Hamaguchi and S. M. Bedair, *J. Appl. Phys.* **64**, 2328 (1988).
- [13] A. Lefebvre, C. Herbeaux and J. Di Persio, *Phil. Mag. A* **63**, 471 (1991).
- [14] C. Herbeaux, Thèse de 3^{ème} cycle, U.S.T.Lille (1990).
- [15] P. Astié, J.J. Couders, P. Chomel, D. Quélard et M. Duseaux, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **96**, 225 (1986).
- [16] I. Zongo, Thèse de 3^{ème} cycle, Lille (1990).
- [17] M. Yu. Gutkin, M. Militzer, E. Romanov and V.I. Vladimirov, *Phys. stat. sol.(a)* **113**, 337 (1989).
- [18] N. Junqua and J. Grilhé, *Phys. stat. sol.(b)* **169**, 73 (1992).
- [19] S. Adachi, *J. Appl. Phys.*, **53**, 8775 (1982).
- [20] W. Mader, *Z. Metallk.*, **80**, 139 (1989).
- [21] J. P. Hirth et J. Lothe, *Theory of dislocations*, Mc Graw Hill (1968).
- [22] K. Rajan, R. Devine, W.T. Moore and P. Maigné, *J. Appl. Phys.*, **62**, 1713 (1987).
- [23] C. Herbeaux, J. Di Persio et A. Lefebvre, *Phil. Mag. Lett.*, **54**, 1004 (1989).
- [24] B.C. De Cooman, C.B. Carter, Kam Toi Cham et J.M. Shealy, *Acta Met.*, **37**, 2779 (1989).

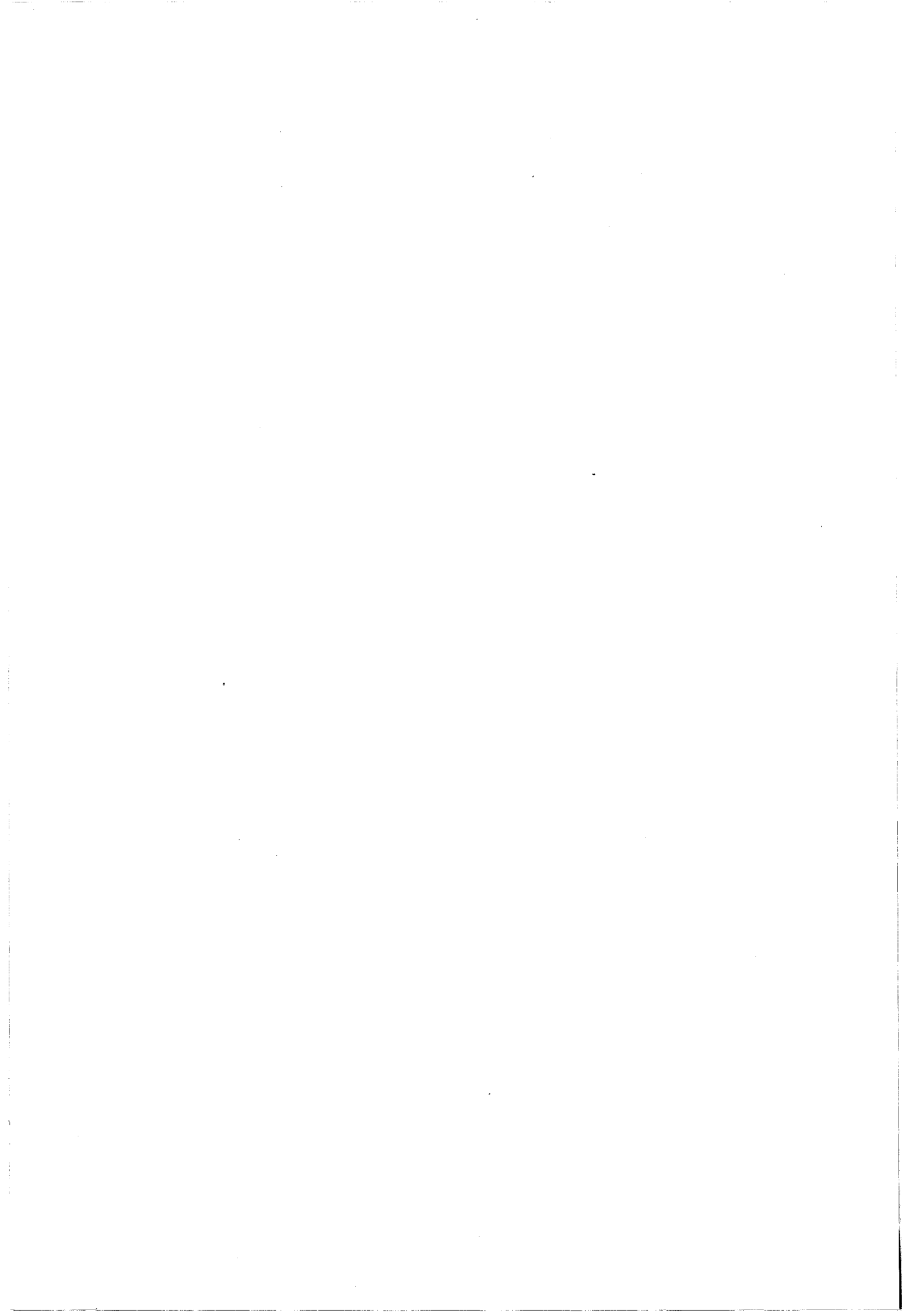


- [25] H. Gottschalk, G. Patzer and H. Alexander, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **45**, 207 (1978).
- [26] G. Feuillet, Dissertation of Master of Science, Oxford (1982).
- [27] B.C. De Cooman et C.B. Carter, *Microscopy of Semiconducting Materials. Inst. Phys. Conf. 87*, 259 (1987).
- [28] A. Lefebvre, Y. Androussi et G. Vanderschaeve, *Phil. Mag. Lett.* **56**, 135 (1987)
- [29] P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan, *Electron Microscopy of thin crystals*, R. E. Krieger Publishing Co. Inc., p. 258 (1977).
- [30] R. Hull, J. C. Bean, D. J. Eaglesham, J. M. Bonar and C. Beuscher, *Thin Solid Films* **183**, 117 (1989).
- [31] L. B. Freund, *J. Appl. Phys.* **68**, 2073 (1990).



CHAPITRE IV

**ETUDE DES INTERACTIONS ENTRE
DISLOCATIONS DE DESADAPTATION DE
RESEAU DANS LES HETEROSTRUCTURES
 $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As} / \text{GaAs}$ ($0,1 < x < 0,2$)**



CHAPITRE IV

ETUDE DES INTERACTIONS ENTRE DISLOCATIONS DE DESADAPTATION DE RESEAU DANS LES HETEROSTRUCTURES GA_{1-x}IN_xAS/GAAS (0,1 < x < 0,2)

IV. 1. Introduction

IV. 2. Formation des dislocations coin

IV. 2. 1. Introduction

IV. 2. 2. Mise en évidence des dislocations coin dans le substrat

IV. 2. 3. Mécanisme de formation des dislocations coin

IV. 2. 4. Discussion du modèle précédent

IV. 2. 5. Effet cathodoplastique

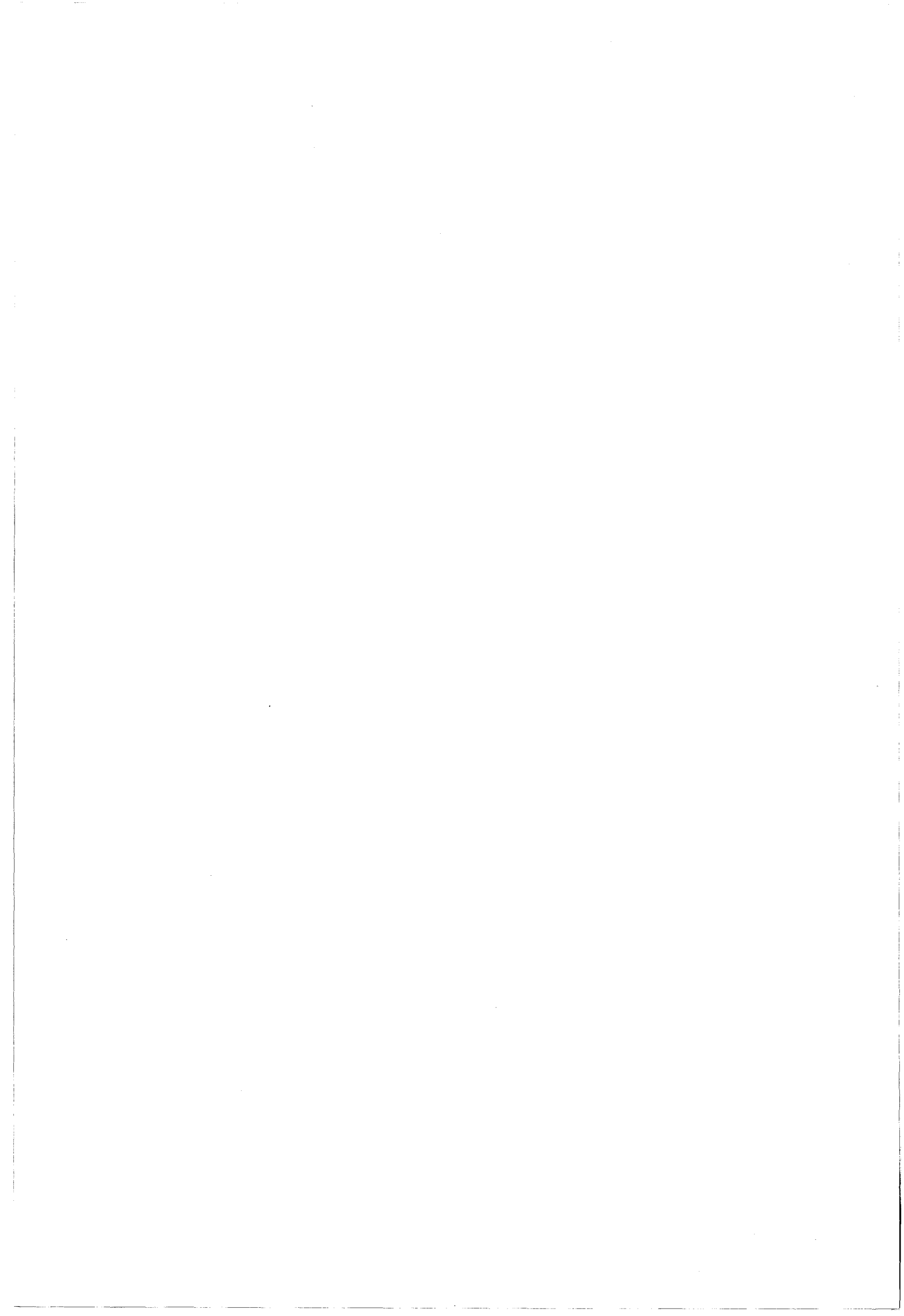
IV. 3. Multiplication des dislocations de désadaptation de réseau

IV 3. 1. Introduction

IV. 3. 2. Mécanisme de multiplication dans le système GaInAs/GaAs.

IV. 3. 3. Comparaison avec le mécanisme de multiplication du système
SiGe/Si.

IV. 4. Conclusion



IV. 1. INTRODUCTION

Nous avons examiné au chapitre III le cas des hétérostructures faiblement désadaptées ($x = 0,03 - 0,04$) et d'épaisseur voisine de l'épaisseur critique. Ces hétérostructures étaient caractérisées par des densités linéiques de dislocations faibles (de l'ordre de 10^3 cm^{-1}) et essentiellement de type α , les dislocations β étant cependant susceptibles d'apparaître par glissement dévié.

Nous présentons dans ce chapitre l'étude d'hétérostructures plus fortement désadaptées ($0,10 < x < 0,20$) et présentant des densités linéiques de dislocations plus importantes (de l'ordre de 10^4 cm^{-1}). La probabilité d'interaction entre ces dislocations s'y trouve donc favorisée et nous nous sommes intéressés à deux types d'interactions :

1) le premier type d'interaction donne naissance à des dislocations coin situées dans le substrat et dont nous étudierons en détail le mécanisme de formation.

2) Le deuxième type d'interaction, entre dislocations perpendiculaires et possédant le même vecteur de Burgers, donne des annihilations qui sont à leur tour impliquées dans un nouveau processus de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau [1].

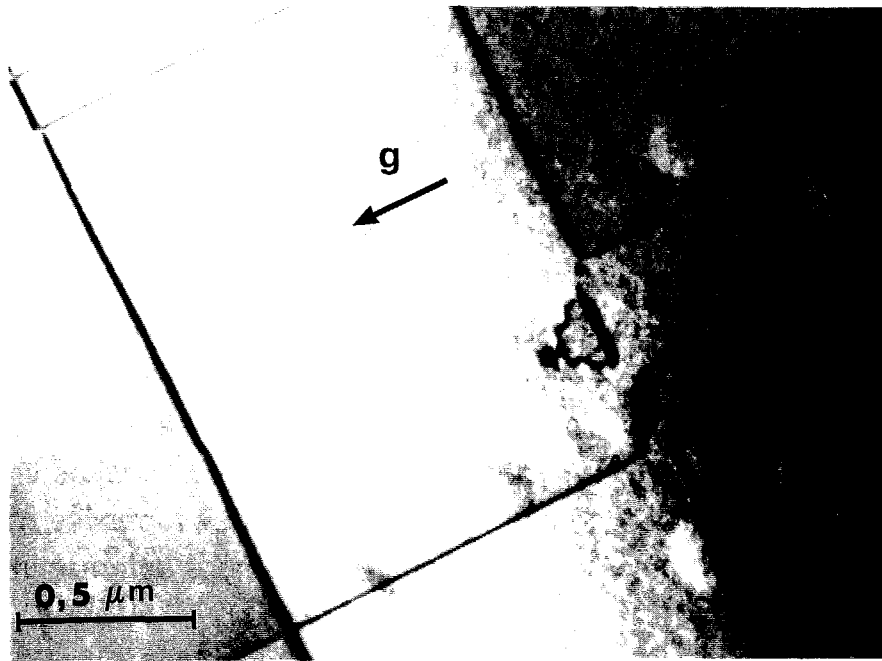
Nous montrerons que ce mécanisme est asymétrique et rend compte de la formation de dislocations β à partir des dislocations α qui sont apparues lors des premiers stades de la déformation plastique.

IV. 2. FORMATION DES DISLOCATIONS COIN

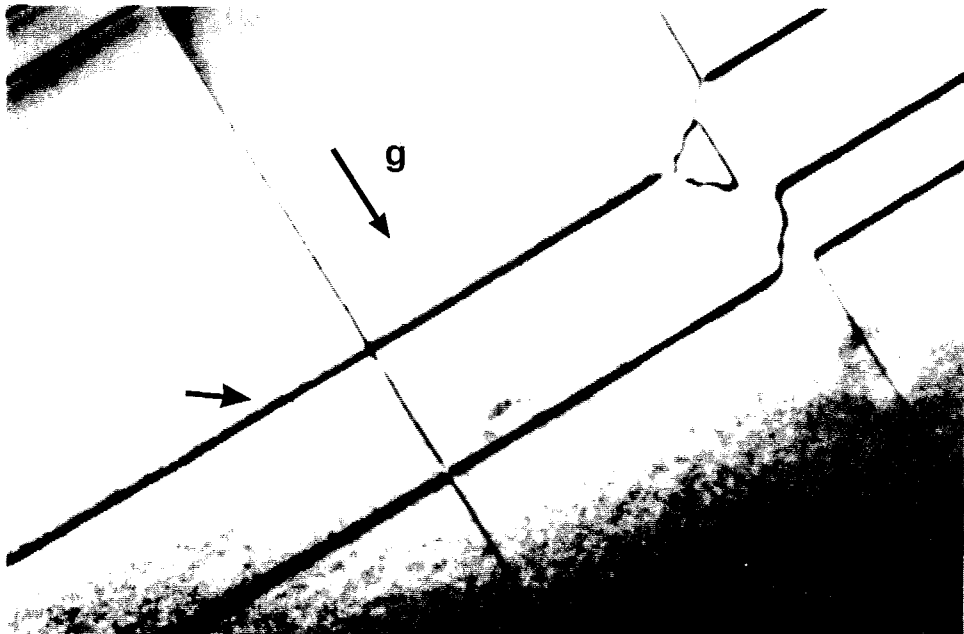
IV. 2. 1. Introduction

Lorsque la densité linéique de dislocations de désadaptation de réseau devient importante, c'est à dire de l'ordre de 10^4 cm^{-1} , on observe en plus des dislocations de caractère 60° , des dislocations coin pures. Ces dislocations sont facilement identifiables en vue dans le plan d'après le contraste obtenu avec les vecteurs de diffraction $\{220\}$ du plan (001). Par exemple, pour une dislocation de ligne $[110]$ et de vecteur de Burgers $1/2 [1\bar{1}0]$, on obtient un contraste double, pour le vecteur $\mathbf{g} = [2\bar{2}0]$ puisque $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$ (figure IV.1.a). L'extinction sans contraste résiduel est obtenue pour $\mathbf{g} = [220]$ (figure IV.1.b). En effet dans ces conditions on a à la fois $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ et $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{u}) = 0$.

Ce type de dislocation a déjà été observé par différents auteurs dans le même système GaInAs/GaAs, lorsque le désaccord paramétrique est inférieur à 2% [2, 3],



a



b

Figure IV. 1 : *Micrographies électroniques d'une dislocations coin dans une lame (001)*

parallèle à l'interface:

a- Champ clair $g = 2\bar{2}0$.

La dislocation coin est fléchée et présente un contraste double;

b- Champ clair $g = 220$.

La dislocation est éteinte sans contraste résiduel.

ainsi que dans le système GeSi/Si [4]. Il a été admis que ces dislocations se formaient par interaction de deux dislocations à 60° , qui ont glissé hors du plan d'interface. Nos observations confirment ce mécanisme et elles montrent de plus que les dislocations coin sont très souvent situées à proximité d'une réaction d'annihilation (figures IV.2 et IV.3).

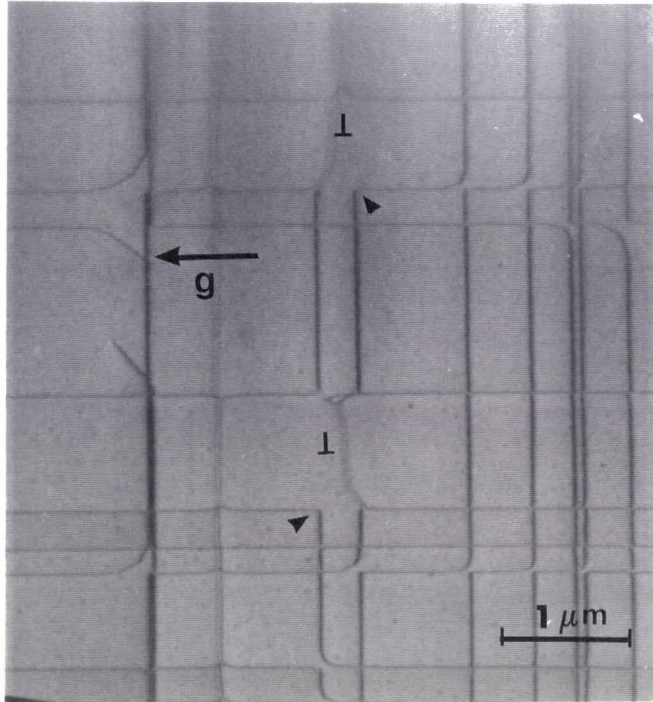
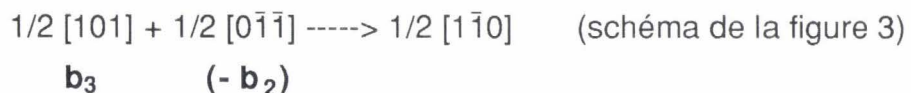


Figure IV.2 : Champ clair, $g = \bar{2}20$. Deux dislocations coin (L) sont observées à proximité de deux annihilations dont on ne voit qu'une partie (fléchée). On remarque le contraste double des dislocation coin, bien distinct de celui des dislocations à 60° .

Ces annihilations résultent de l'interaction de deux dislocations de désadaptation perpendiculaires et de même vecteur de Burgers. Elles conduisent à des configurations asymétriques : à chaque configuration correspond un vecteur de Burgers du type $1/2 \{011\}$ et un seul, ce qui permet une identification rapide de ce vecteur de Burgers (figure III.9). On en déduit, par exemple, que la dislocation coin de la figure 2, parallèle à $[110]$, est le résultat de la réaction des deux dislocations à 60° suivant :



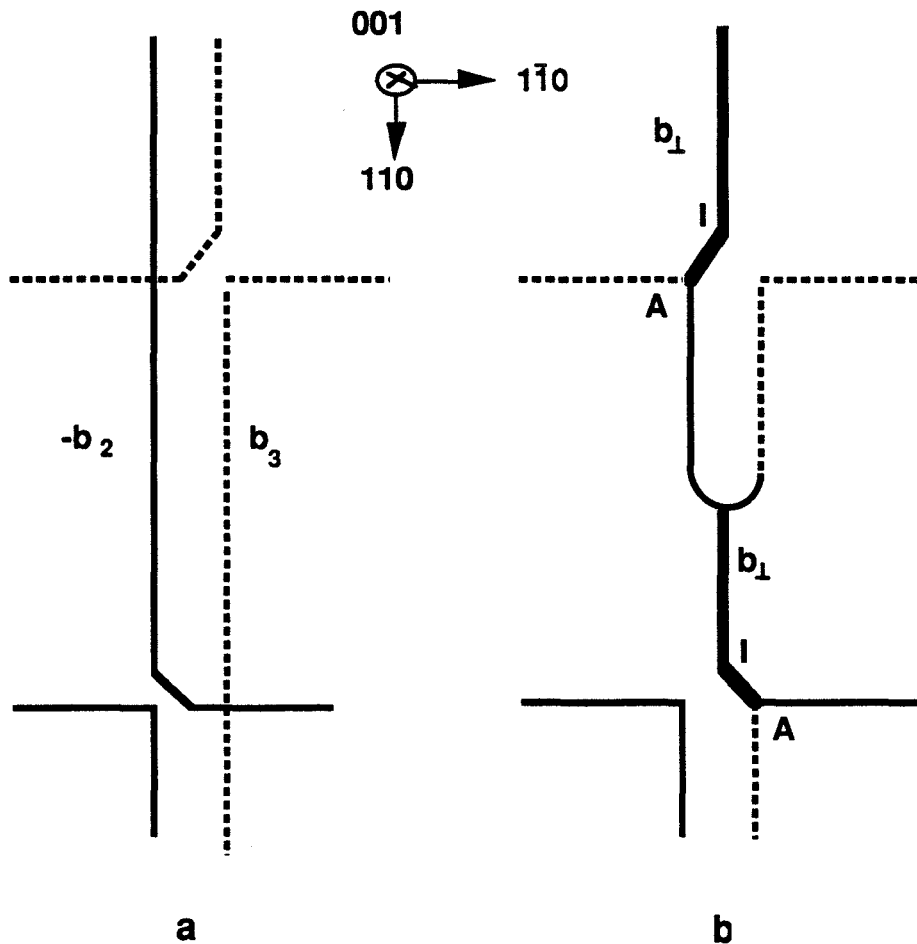


Figure IV. 3: Réactions conduisant à la configuration de la figure 2.

- a- Configuration initiale: 2 annihilations faisant intervenir des dislocations de vecteur de Burgers ($-b_2$) et b_3 .
- b- Configuration finale: formation de deux segments de dislocations coin b_{\perp} par l'intermédiaire de deux jonctions A.

Si on admet que les deux dislocations à 60° se trouvent initialement à l'interface avant de glisser dans leur plan de glissement de type $\{111\}$, pour réagir et donner la dislocation coin, celle-ci se trouve alors nécessairement en dehors de l'interface. Nous allons montrer maintenant qu'elle se trouve dans le substrat.

IV. 2. 2. Mise en évidence des dislocations coin dans le substrat

IV. 2. 2. α . Approche géométrique:

Une dislocation coin parallèle à $[110]$ et de vecteur $[1\bar{1}0]$ peut être obtenue grâce aux deux réactions suivantes:

$$1/2[0\bar{1}\bar{1}] + 1/2[101] \text{ ----> } 1/2[1\bar{1}0] \quad (1)$$

$$(-\mathbf{b}_2) \quad \mathbf{b}_3$$

{plans de glissement $(1\bar{1}\bar{1})$ pour \mathbf{b}_3 et $(\bar{1}1\bar{1})$ pour $(-\mathbf{b}_2)$ }

$$1/2[10\bar{1}] + 1/2[0\bar{1}1] \text{ ----> } 1/2[1\bar{1}0] \quad (2)$$

$$\mathbf{b}_1 \quad (-\mathbf{b}_4)$$

{plans de glissement $(1\bar{1}\bar{1})$ pour $(-\mathbf{b}_4)$ et $(\bar{1}1\bar{1})$ pour \mathbf{b}_1 }

La réaction (1) n'a été observée que lorsque la dislocation de vecteur de Burgers \mathbf{b}_3 était située à droite de la dislocation de vecteur de Burgers $-\mathbf{b}_2$, comme par exemple sur la figure IV. 2 . Si on inverse la position relative des deux dislocations, on n'observe plus de réaction . Il en est de même pour la réaction (2). Avec les même axes de référence, pour qu'il y ait réaction, il faut que la dislocation de vecteur de Burgers \mathbf{b}_1 soit à gauche de la dislocation de vecteur de Burgers $-\mathbf{b}_4$. Dans le cas contraire il n'y a pas de réaction (figure IV. 4).

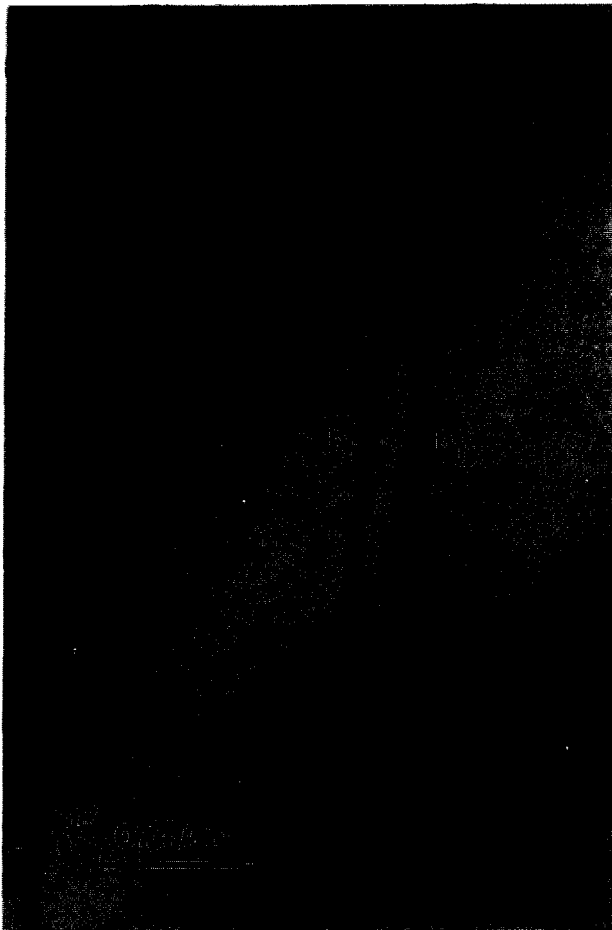


Figure IV. 4: La position relative des dislocations \mathbf{b}_1 et $(-\mathbf{b}_4)$ empêche que la réaction (2) ne se produise. Champ clair, $g = \bar{2}20$.

Le schéma de la figure IV. 5 montre que cette géométrie impose que la dislocation coin se trouve dans le substrat. Si on suppose que la dislocation coin se forme à l'intersection des plans de glissement $(1\bar{1}\bar{1})$ et $(\bar{1}1\bar{1})$, la distance entre la dislocation coin et l'interface doit être d'autant plus grande que les dislocations à 60° initiales qui lui donnent naissance, sont distantes l'une de l'autre dans le plan de l'interface. Dans ce cas, si la dislocation coin peut interagir avec une dislocation à 60° qui lui est perpendiculaire, la jonction qui en résulte est d'autant plus longue que la dislocation coin est loin de l'interface, c'est à dire que les deux dislocations à 60° qui lui ont donné naissance étaient distantes l'une de l'autre. C'est bien ce qui est observé sur la figure IV. 6.

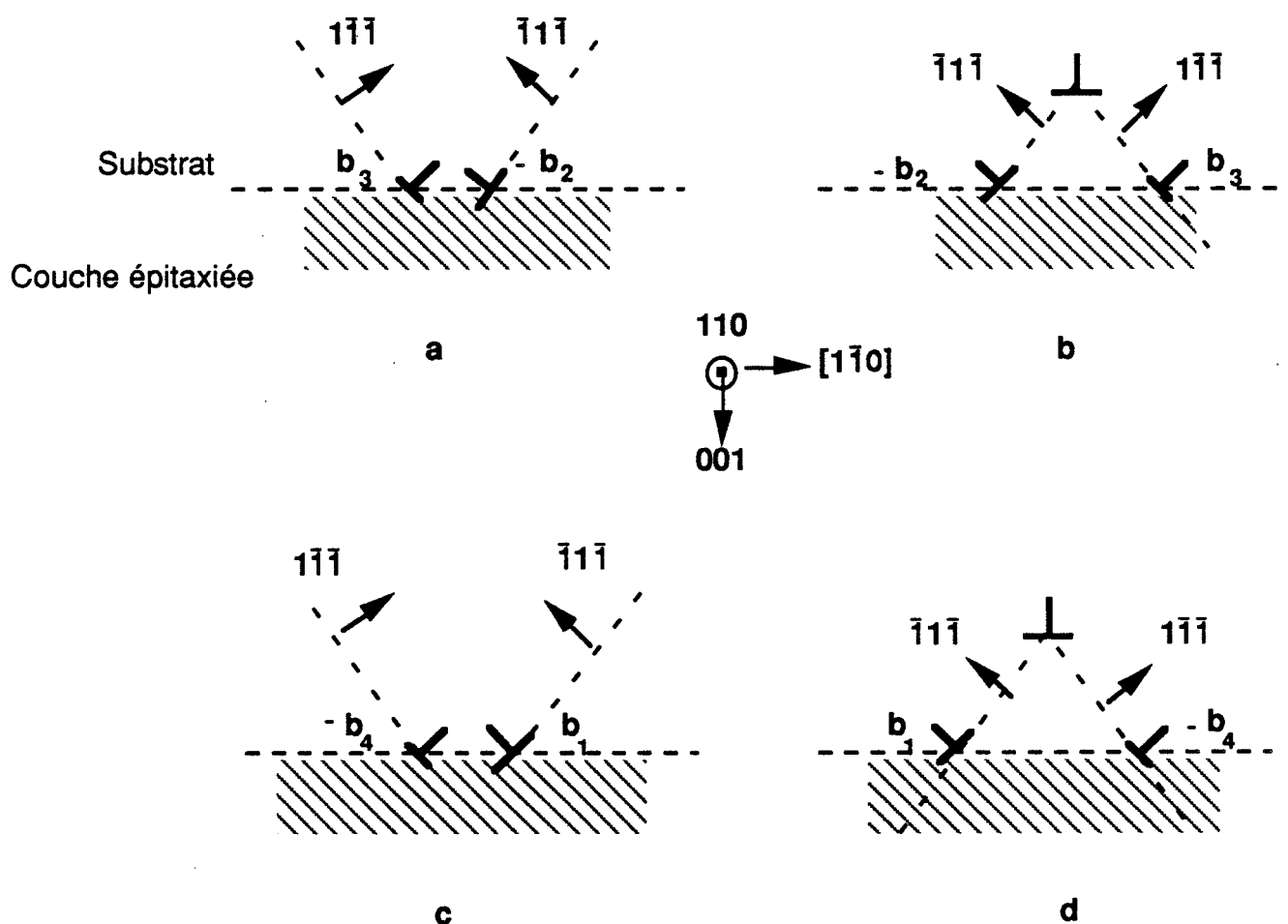


Figure IV.5 : Mécanismes de formation des dislocations coin. Seules les configurations b et d ont été observées, ce qui montre que la dislocation coin ne peut se trouver que dans le substrat.

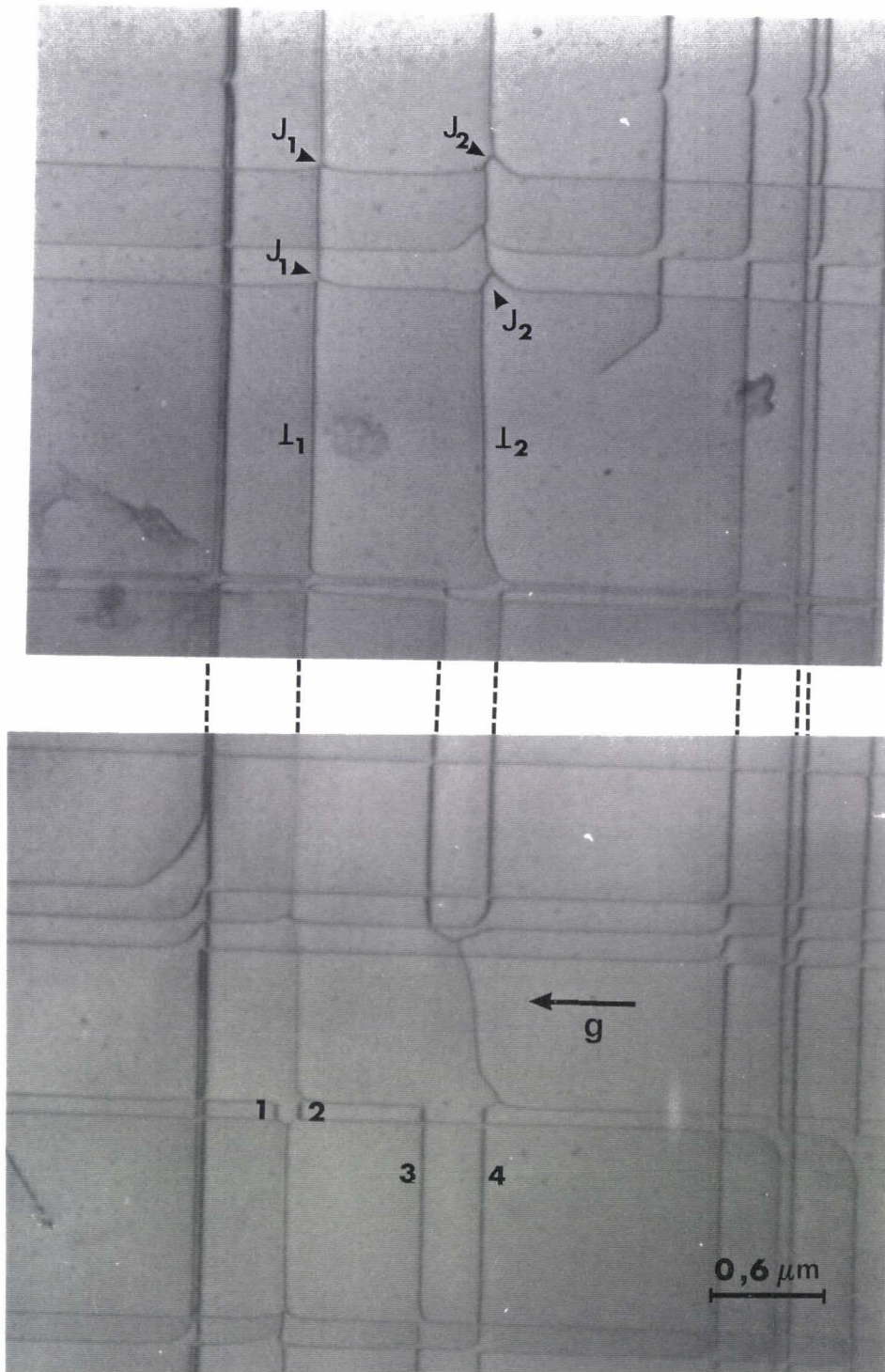


Figure IV.6. : La longueur des jonctions J_1 et J_2 entre les dislocations coin L_1 et L_2 et les dislocations à 60° qui leur sont perpendiculaires est directement reliée à la séparation initiale des dislocations à 60° qui ont donné naissance aux dislocations coin: les dislocations 1 et 2 (qui réagissent pour donner L_1) sont plus proches l'une de l'autre que ne le sont les dislocations 3 et 4 (qui réagissent pour donner L_2): il en résulte que les jonctions J_1 sont plus courtes que les jonctions J_2 .
Champ clair, $g = \bar{2}20$.



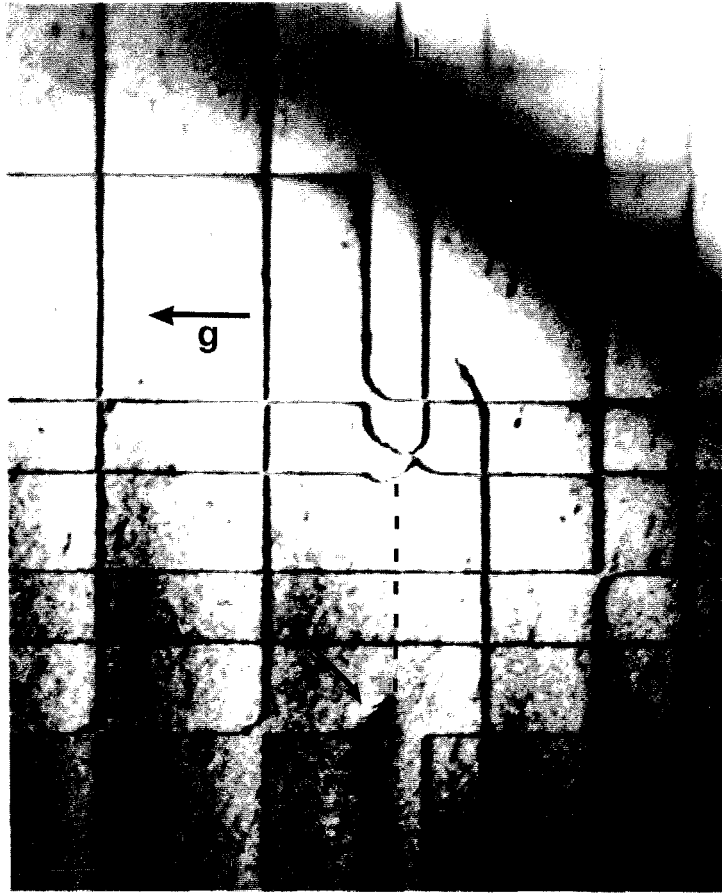


Figure IV.7. : Micrographie montrant, dans sa partie supérieure, une dislocation coin (\perp). Cette dislocation a disparu, lors de l'amincissement, dans la partie inférieure de la micrographie, qui correspond à une zone plus mince que la précédente (l'emplacement de cette dislocation est indiqué à l'aide d'une ligne en pointillés). La jonction restante est fléchée. Champ clair. $g = \bar{2}20$.

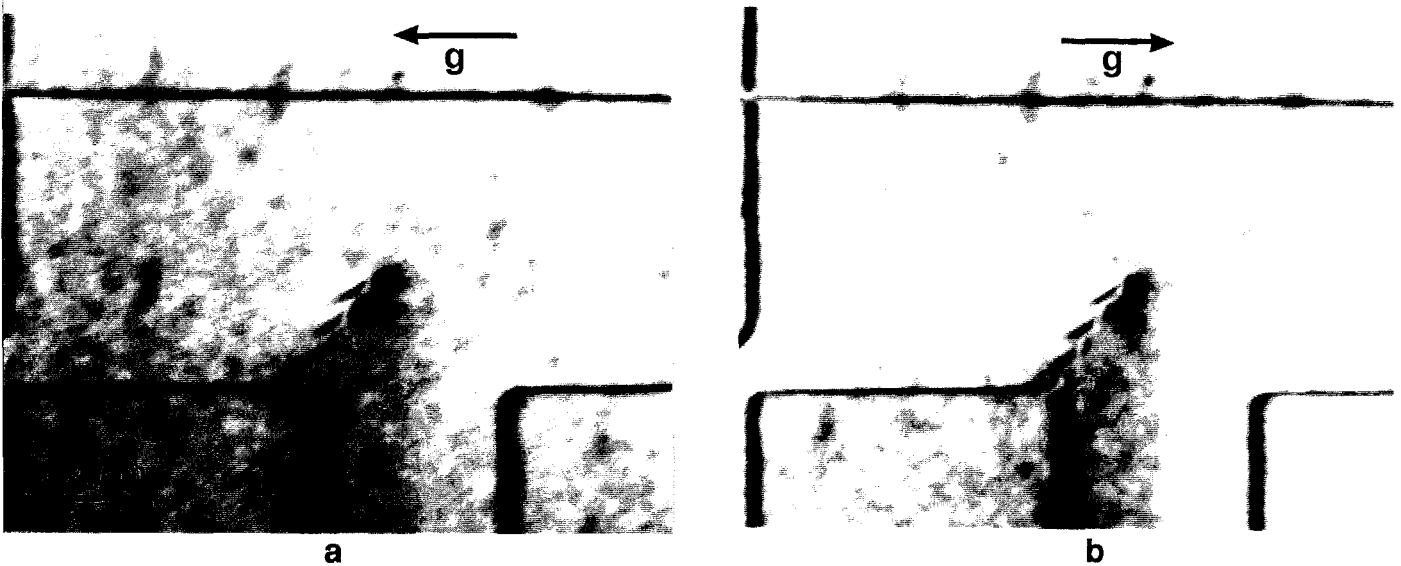
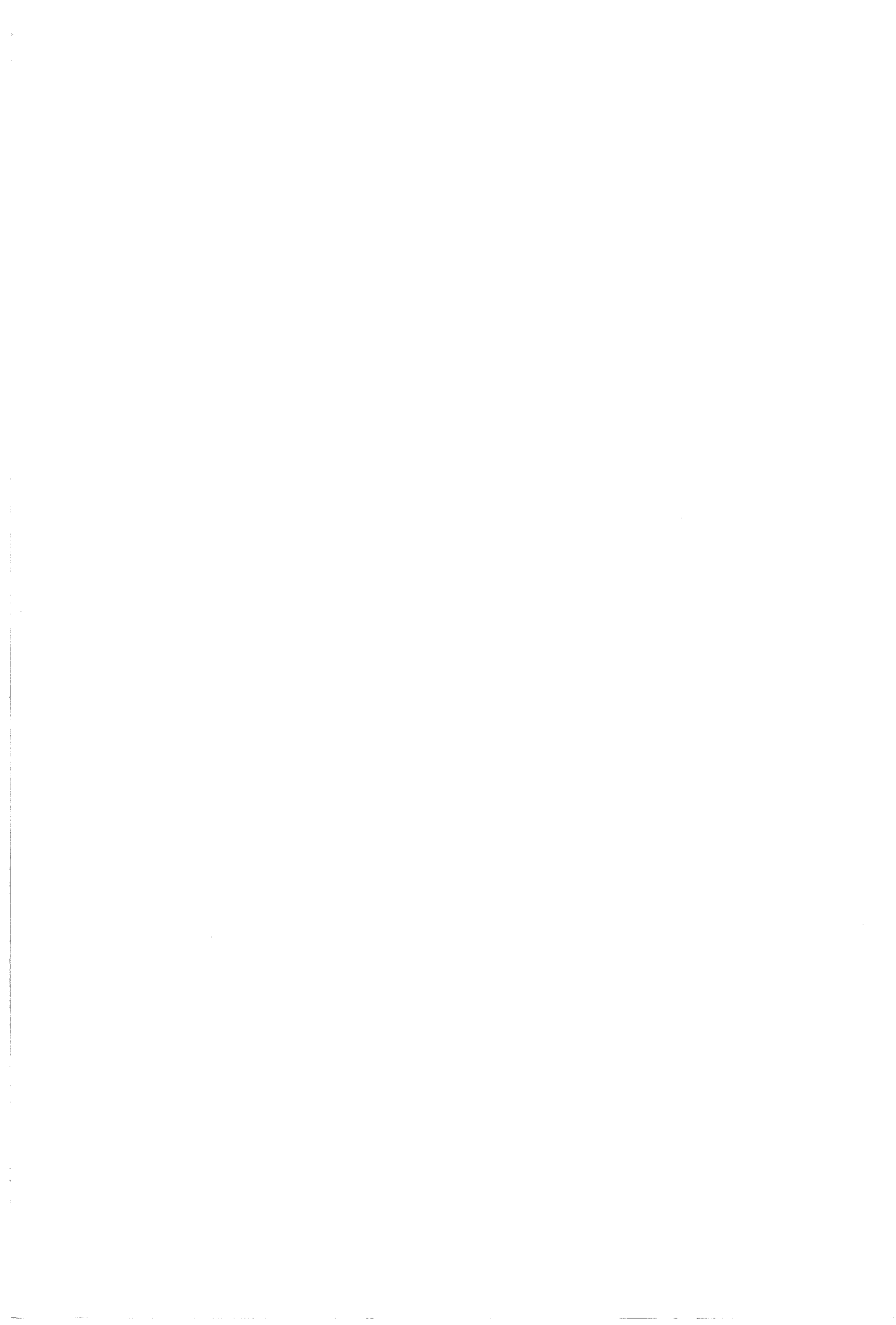


Figure IV.8. : Agrandissement de la partie centrale de la micrographie précédente.

a - Champ clair; $g = \bar{2}20$.

b - Champ noir ; $g = 2\bar{2}0$.



IV. 2. 2. β . Contraste oscillant de la jonction:

Il arrive qu'une partie de la dislocation coin disparaisse lors de l'amincissement (figure IV.7) : étant données les conditions d'amincissement rappelées au chapitre II, cette dislocation ne pouvait se trouver, avant amincissement, que dans le substrat.

Les dislocations coin sont généralement reliées à une dislocation à 60° dans l'interface par un segment AI incliné par rapport au plan de la lame (figure IV. 3); lorsque la dislocation coin disparaît lors de l'amincissement, ce segment AI débouche en surface et présente un contraste oscillant dont l'analyse permet d'identifier cette surface [5, 6] :

- lorsque le contraste noir-blanc du contraste oscillant au niveau de l'émergence est identique en champ clair et en champ noir pour un même vecteur de diffraction, l'émergence est située sur la surface d'entrée des électrons,

- inversement, lorsque les contrastes en champ clair et en champ noir sont pseudo-complémentaires, l'émergence est située sur la surface de sortie des électrons.

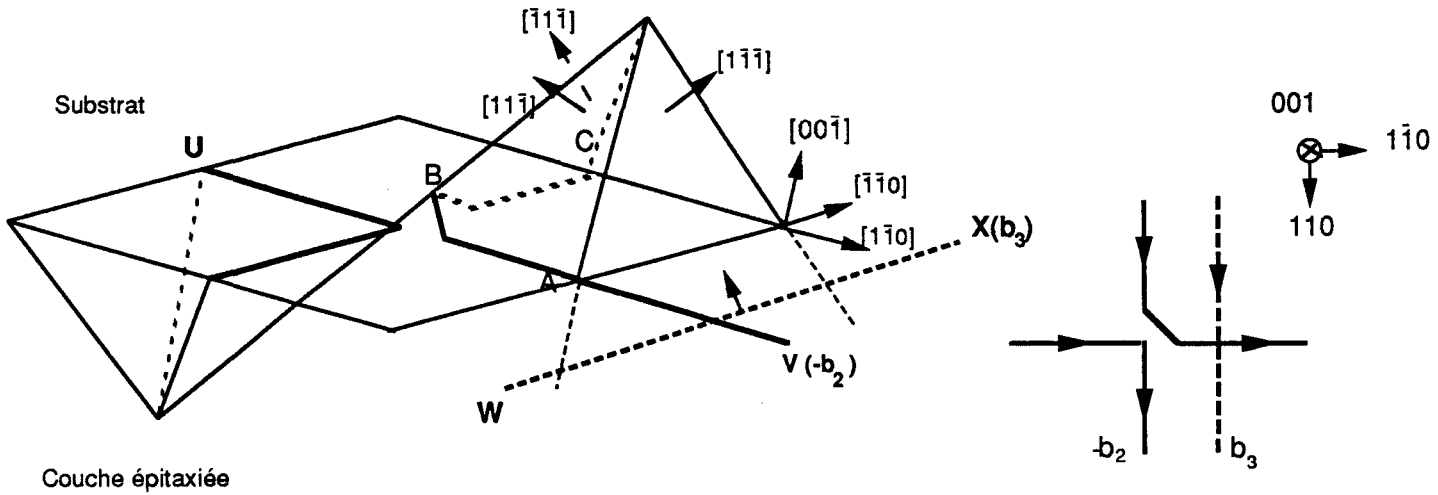
Les micrographies de la figure IV. 8 montrent que le contraste oscillant est identique en champ clair (+g) et en champ noir (-g) : l'émergence est donc située sur la surface de sortie des électrons, qui correspond bien au côté substrat de l'échantillon (figure II. 2).

IV. 2. 3. Mécanisme de formation des dislocations coin

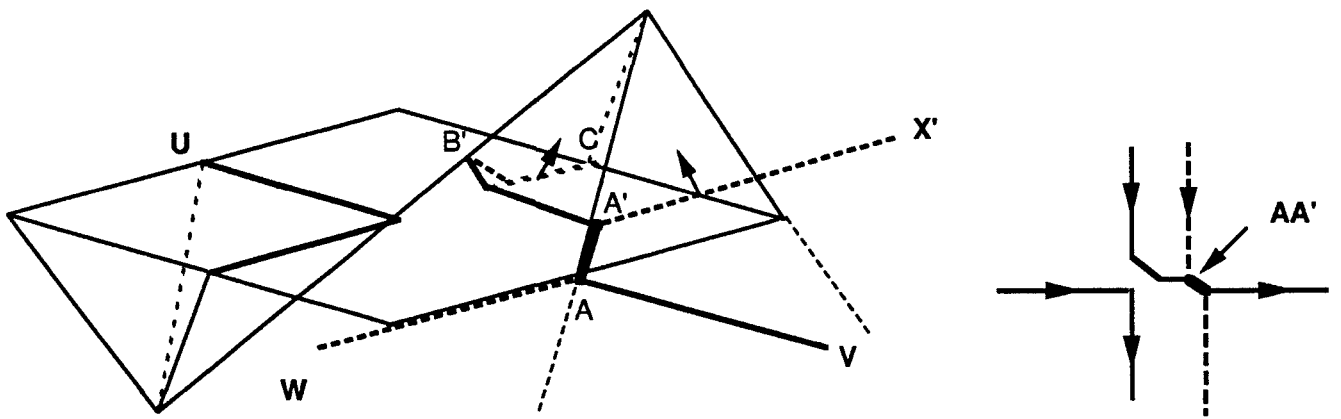
La réaction de deux dislocations à 60° , pour former une dislocation coin, a été très souvent observée au voisinage immédiat d'une réaction d'annihilation (figure IV. 2). Cette réaction n'a pas lieu sur toute la longueur des dislocations à 60° et peut être schématisée comme suit:

a) On suppose qu'une réaction d'annihilation entre dislocations de vecteur de Burgers ($-b_2$) se trouve à l'interface. Elle est formée de deux dislocations en L dont l'une présente un coin V dirigé vers le substrat. Une dislocation parallèle à $[110]$ et de vecteur de Burgers b_3 glisse dans le plan $(1\bar{1}\bar{1})$, de la couche épitaxiée vers l'interface (figure IV. 9. a).

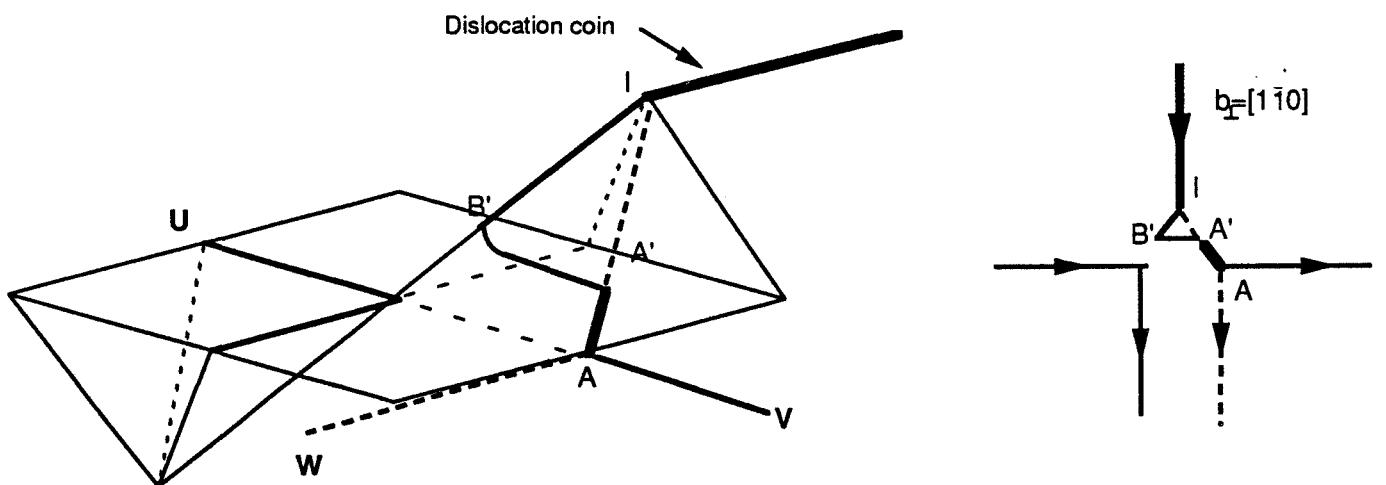
b) Les deux dislocations perpendiculaires de vecteur de Burgers ($-b_2$) et b_3 vont réagir suivant la réaction (1) pour former une jonction (figure IV. 9. b). La



a



b



c

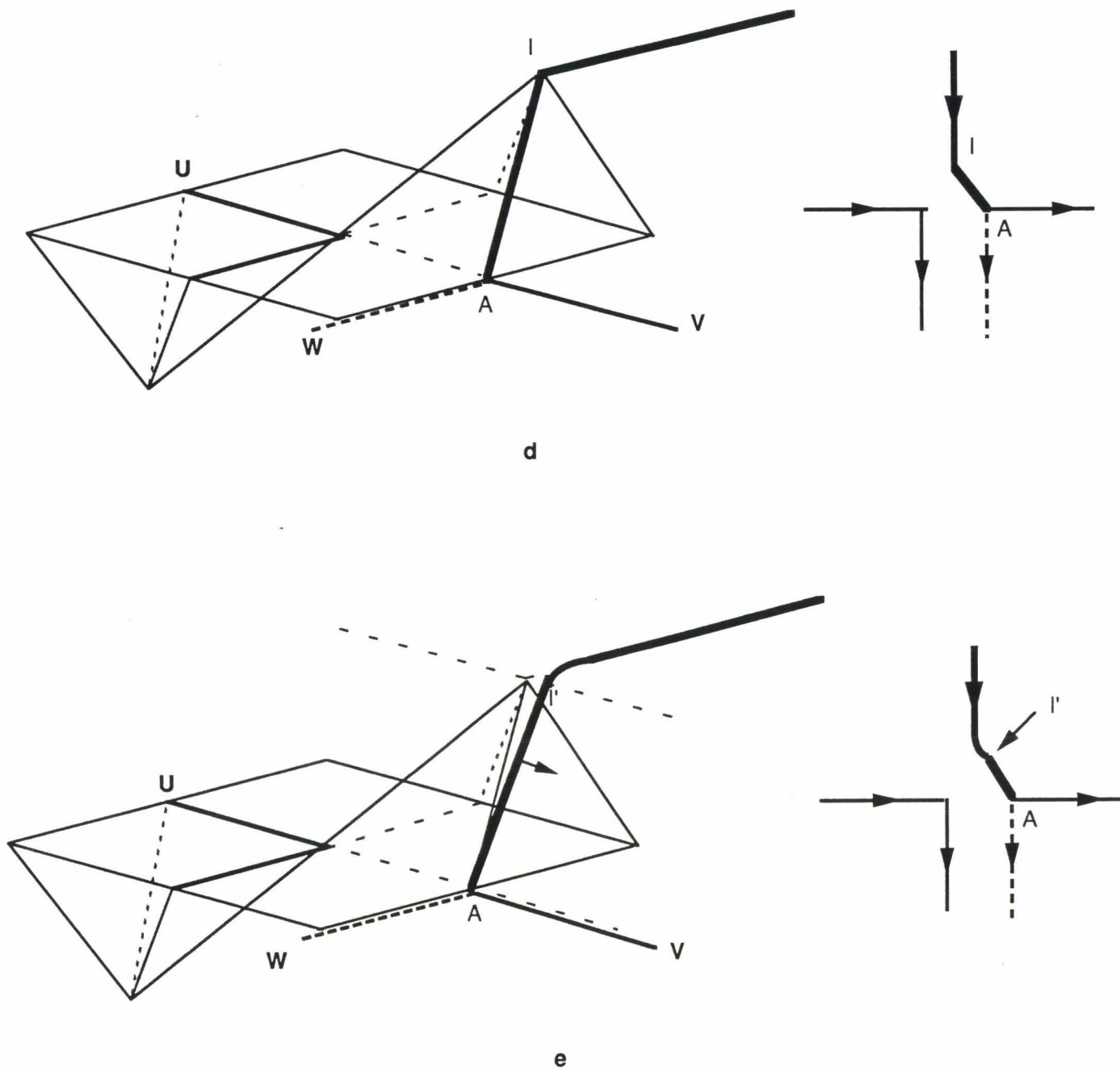


Figure IV.9. : Mécanisme de formation d'une dislocation coin.

- a- La dislocation CBAV de vecteur de Burgers $(-b_2)$ est située dans le plan de l'interface. La dislocation WX de vecteur de Burgers b_3 est située dans la couche épitaxiée et glisse vers l'interface.
- b- Formation de la jonction AA'. Les segments B'A' et A'X' sont rejetés dans le substrat.
- c- Formation de la dislocation coin; première possibilité : le segment B'A' est immobile.
- d- Formation de la dislocation coin; deuxième possibilité : le segment B'A' glisse dans le plan $(11\bar{1})$.
- e- Glissement de la jonction AI dans le plan $(11\bar{1})$.

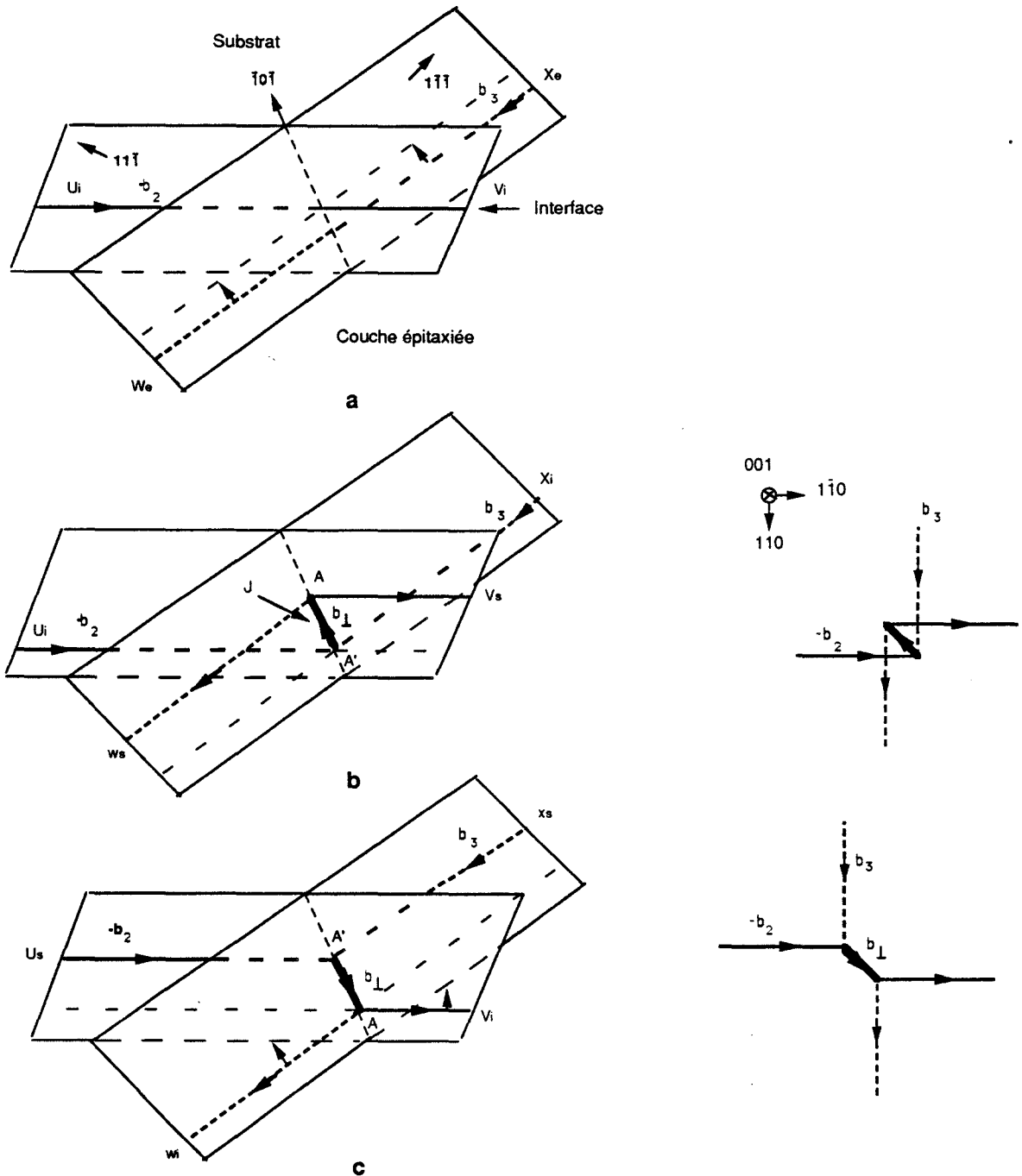


Figure IV.10.: Formation d'une jonction entre deux dislocations rectilignes. Les indices *s*, *i* et *e* correspondent respectivement aux segments de dislocation situés dans le substrat, l'interface et la couche épitaxiée.

a- Etat initial : la dislocation de vecteur de Burgers ($-b_2$) est située dans le plan de l'interface. La dislocation de vecteur de Burgers b_3 est située dans la couche épitaxiée et glisse vers l'interface.

b- Formation d'une jonction avec augmentation de longueur des dislocations.

c- Formation d'une jonction avec diminution de longueur des dislocations.

formation de cette jonction est détaillée sur la figure IV. 10 dans le cas général de deux dislocations rectilignes:

- On suppose que la dislocation U_iV_i de vecteur de Burgers ($-b_2$) est située dans le plan de l'interface et que la dislocation W_eX_e de vecteur de Burgers b_3 qui lui est perpendiculaire glisse de la couche épitaxiée vers l'interface (figure IV. 10. a).

- La jonction se forme à l'intersection des plans de glissement $(11\bar{1})$ et $(\bar{1}\bar{1}1)$. Deux configurations sont possibles (figures IV. 10. b et IV. 10. c).

La configuration de la figure IV. 10. b entraîne:

- *une augmentation de longueur des dislocations à 60° ,
- *un angle de 60° entre les dislocations à 60° et la jonction

La configuration de la figure IV. 10. c conduit à:

- *une diminution de la longueur des dislocations à 60° ,
- *un angle de 120° entre dislocations à 60° et jonction .

Cette dernière configuration est la plus probable puisqu'elle conduit non seulement à une diminution de la longueur totale de l'ensemble des dislocations, mais aussi à un angle plus grand, et donc une distance plus grande entre des dislocations qui ont tendance à se repousser. Enfin, étant donné que la contrainte de désadaptation de réseau est beaucoup plus importante (environ 1000 fois supérieure) dans la couche épitaxiée qu'elle ne l'est dans le substrat, la jonction AA' doit être située toute entière dans le substrat de façon à ce que tous les autres segments de dislocations se trouvent, soit dans l'interface, soit dans le substrat : les segments W_iA et AV_i sont alors situés dans l'interface alors que les segments U_sA' et $A'X_s$ sont rejetés dans le substrat (figure IV. 10. c). Ces arguments simples justifient l'adoption de la configuration de la figure IV. 9. b pour laquelle on a transposé le mécanisme de la figure IV. 10.c : le point important à noter est que, suite à la formation de la jonction AA', les segments B'A' et A'X' sont rejetés dans le substrat.

La projection dans le plan (001) de la configuration qui en résulte est compatible avec nos observations (figure IV. 11) et celles faites dans le système Ge/GaAs [7]. Dans notre cas, la longueur moyenne des jonctions observées est de l'ordre de $0,06 \mu\text{m}$ tandis qu'elle est supérieure à $0,1 \mu\text{m}$ dans Ge/GaAs.

c) Les segments A'X' et B'C de vecteur de Burgers respectifs \mathbf{b}_3 et $(-\mathbf{b}_2)$ s'attirent et vont glisser respectivement sur les plans $(1\bar{1}\bar{1})$ et $(\bar{1}1\bar{1})$ dans le substrat pour former une dislocation coin à l'intersection $[110]$ de ces deux plans de glissement. Cette dislocation coin de vecteur de Burgers $[1\bar{1}0]$ a le plan (001) comme plan de glissement. Les segments A'X' et B'C, en glissant, traînent derrière eux, deux segments de dislocation vis B'I et A'I si la dislocation B'A' ne glisse pas. On obtient alors en projection une configuration triangulaire B'IA' (figure IV. 9. c). Cette configuration a été effectivement observée (figure IV. 1).

d) Si au contraire la dislocation B'A' glisse dans le plan $(11\bar{1})$, en même temps que les deux segments parallèles A'X' et B'C, les segments vis disparaissent et on observe uniquement la jonction AI de ligne $[101]$ et de vecteur de Burgers $[1\bar{1}0]$ (figure IV. 9. d).

e) Cette jonction AI est susceptible de glisser dans le plan $(11\bar{1})$. Lorsqu'elle glisse, elle déplace le point I et entraîne donc un déplacement de la dislocation coin dans le plan (001) au niveau du point I (figure IV. 9. e) : c'est la configuration qui a été le plus souvent observée (voir par exemple les figures IV. 2 et IV. 6 où on peut voir l'aspect "arrondi" de la jonction AI').

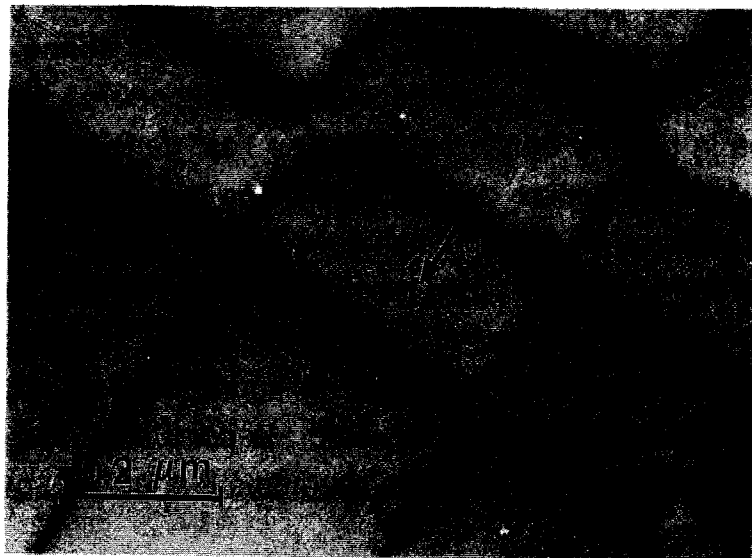


Figure IV.11. : *Jonction entre deux dislocations de vecteurs de Burgers à 120° . Champ clair. $g = 2\bar{2}0$. La longueur de cette jonction est d'environ $0,06 \mu\text{m}$.*

IV. 2. 4. Discussion du modèle précédent

IV. 2. 4. α . Comparaison avec le modèle de Fitzgerald et al [2]

Dans le système InGaAs/GaAs, un modèle de formation des dislocations coin, par glissement dans le substrat, de paires de dislocations à 60° a été proposé par Fitzgerald et al. [2]. Ce modèle est basé sur l'observation dans le plan de l'interface de groupements de dislocations possédant le même vecteur de Burgers. Les dislocations d'un même groupe interagissent entre elles et peuvent expulser une des dislocations du groupe dans le substrat (figure IV. 12). S'il existe deux groupes de dislocations voisins et possédant des vecteurs de Burgers adéquats, il peut alors se former une dislocation coin dans le substrat. Fitzgerald et al. proposent un calcul d'équilibre permettant d'évaluer la distance moyenne entre dislocations d'un même groupe qui conduit à l'expulsion d'une dislocation dans le substrat, à une distance r de l'interface. Ils font pour cela le bilan des forces exercées sur cette dislocation (il s'agit en fait de forces par unité de longueur):

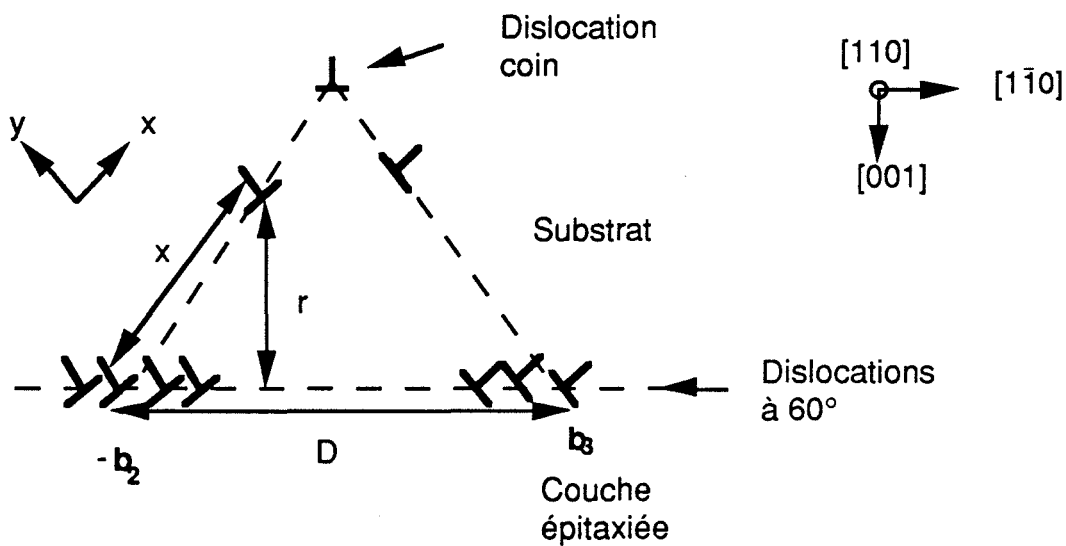


Figure IV.12.: Une dislocation de vecteurs de Burgers ($-b_2$) et une autre dislocation de vecteur de Burgers b_3 sont expulsées dans le substrat et y réagissent pour former une dislocation coin (modèle de Fitzgerald et al. [2]).

- la dislocation est poussée dans le substrat grâce à la force de répulsion F_d exercée par les autres dislocations de son groupe ,

$$F_d/l = \frac{\mu b_c^2}{2\pi(1-\nu)} \sum \frac{x(x^2-y^2)}{(x^2+y^2)^2} + \frac{\mu b_s^2}{2\pi} \sum \frac{x}{(x^2+y^2)} \quad (3)$$

où le premier terme représente la force due à la composante coin b_c le long de la direction de glissement x , et le second terme la contribution de la composante vis b_s ;

ν représente le coefficient de Poisson,
 μ le module de cisaillement,

la sommation étant faite sur toutes les dislocations du groupe.

- S'opposent à ce mouvement:

* La force F_e due à la contrainte macroscopique dans le substrat, soit

$$F_e / l = (a/2 \sqrt{3}) E \varepsilon \quad (4)$$

où E est le module de Young dans le plan (001) suivant une direction $\langle 110 \rangle$,
 ε est la déformation dans le substrat qui peut être exprimée en fonction du désaccord paramétrique $(\frac{\Delta a}{a})$ par $\varepsilon = 10^{-3} (\frac{\Delta a}{a})$ (10^{-3} étant le rapport des épaisseurs des couches épitaxiées et du substrat).

* La force de Peierls,

* La force de rappel F_r exercée par l'interface lorsqu'on déplace la dislocation vers le substrat :

$$F_r / l = [\mu b^2 / 4 \pi (1-\nu)] \frac{(1-\nu \cos^2 \alpha)}{x} \quad (5)$$

(α étant un terme géométrique dépendant du caractère de la dislocation)

* La tension de ligne F_l

$$F_l / l = \frac{\mu b^2 (1-\nu \cos^2 \alpha)}{4 \pi \rho (1-\nu)} [\ln(r_0/b) + 2] \quad (6)$$

où ρ est le rayon de courbure du segment de dislocation considérée,
 α est l'angle entre le vecteur de Burgers b et la ligne de dislocation (60° dans le cas présent)

et r_0 la distance entre l'intersection des plans de glissement et l'interface.

Fitzgerald et al. négligent la force due à la contrainte macroscopique dans le substrat et la force de Peierls devant les autres forces. Finalement, ils trouvent que pour faire glisser une dislocation de 100 nm dans le substrat, il faut considérer un groupe d'au moins cinq dislocations espacées de 25 à 50 nm.

Ce modèle suppose donc une densité linéique de dislocations très importante, supérieure à $2 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$, pour recombinaison des deux dislocations à 60°



sur toute leur longueur. Il ne peut pas rendre compte de nos observations où la densité de dislocations de désadaptation est plus faible (environ 10^4 cm^{-1}).

Nous proposons maintenant un modèle qui diffère du précédent, essentiellement sur trois points :

- Il est plus précis dans la mesure où il tient compte des différences de constantes élastiques entre la couche épitaxiée et le substrat, par l'introduction d'une force image due à l'interface

- la force de rappel exercée par l'interface lorsqu'on déplace la dislocation vers le substrat est exprimée de façon différente à partir de calculs récents [8, 9].

- la force qui tend à expulser certaines dislocations à 60° dans le substrat est ici une force d'attraction entre dislocations parallèles et possédant des vecteurs de Burgers différents.

Le calcul de cette force est présenté à l'annexe 1, il conduit à :

$$F_a/l = \frac{\mu b^2}{8\sqrt{3}\pi D} \frac{(2-\nu)}{(1-\nu)} \quad (7)$$

où D est la distance, dans le plan de l'interface, entre deux dislocations possédant des vecteurs de Burgers différents et qui sont donc susceptibles de glisser sur des plans $\{111\}$ différents pour se rencontrer dans le substrat et réagir pour donner une dislocation coin (figure IV.12).

Si on prend par exemple $D = 0,3 \mu\text{m}$, on trouve $F_a/l = 9,7 \times 10^{-4} \text{ N/m}$, soit une contrainte équivalente $(F_a/l)/b$ de 2,4 MPa.

Les forces qui s'opposent au glissement de ces dislocations dans le substrat sont indiquées ci-dessous. Il s'agit de :

1. la force F_e exercée, par la contrainte de désadaptation de réseau, dans le substrat,
2. la force de Peierls,
3. la tension de ligne F_l ,
4. la force de rappel F_r exercée par l'interface,
5. la force image F_i exercée par l'interface.

Les trois premières forces sont les mêmes que celles présentées dans le modèle de Fitzgerald et al. Nous allons donner une estimation chiffrée de ces cinq forces et des contraintes équivalentes.

1. La contrainte de désadaptation de réseau dans le substrat, correspondant à la première force, s'écrit $\sigma_e = \frac{t_1}{t_0} \frac{E}{1-\nu} \left(\frac{\Delta a}{a}\right)$ où t_1 est l'épaisseur

totale des couches épitaxiées et t_0 l'épaisseur du substrat. Pour la plupart des hétérostructures que nous avons étudiées, les ordres de grandeur caractéristiques sont $\frac{t_1}{t_0} = 10^{-3}$ et $\left(\frac{\Delta a}{a}\right) = 10^{-2}$, ce qui donne $\sigma_e = 1,2$ MPa, soit une force $F_e / l = 4,8 \times 10^{-4}$ N/m.

2. La force de Peierls peut être considérée comme étant sans effet (voir la discussion du paragraphe III. 3. 2. β).

3. La tension de ligne par unité de longueur s'écrit pour une demi-boucle hexagonale telle que celle de la figure IV. 13. [10]:

$$F_l/l = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)L} \left[(1-\nu) \ln \frac{L}{D} + 2.49\nu - 1.05 \right] \quad (8)$$

Avec $L = D = 0.3 \mu\text{m}$, on trouve $F_l/l = 8,6 \times 10^{-3}$ N/m et $\sigma_1 = 21$ MPa.

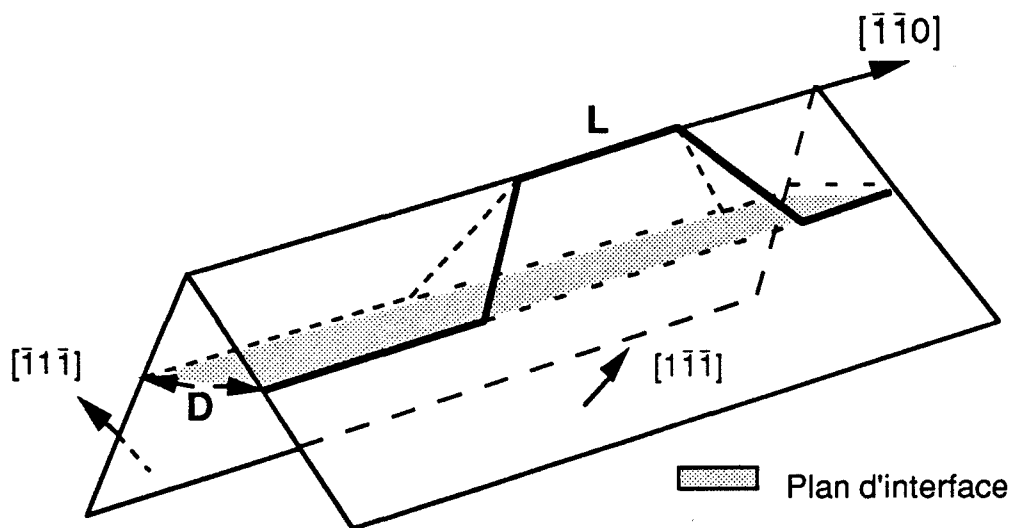


Figure IV.13. : Demi-boucle hexagonale sur une dislocation à 60° .

4. La force de rappel F_r exercée par l'interface peut être calculée à partir de l'expression (4) du paragraphe III. 3. 2. β , soit :

$$F_r/l \sim \frac{\mu b b_c}{4(1-\nu)d} (4 - 3A - 3B) \quad (9)$$

avec d : distance moyenne entre les dislocations à 60° dans le plan de l'interface

On trouve des valeurs de A et B petites devant 1 pour la teneur en indium $x = 0,20\%$, ce qui conduit à $F_i / l = 7,5 \times 10^{-3}$ N/m pour $d = 0,5 \mu\text{m}$, soit une contrainte équivalente de 19 MPa.

5. La force image F_i exercée par l'interface peut être calculée à partir de l'expression (6) du paragraphe III. 3. 2. β , soit:

$$F_i / l = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)d} \left[\frac{-\pi(3A+B)}{\tanh(\pi q')} + \frac{4A\pi^2 q'}{\sinh^2(\pi q')} - \frac{2A\pi^3 q'^2 \cosh(\pi q')}{\sinh^3(\pi q')} \right] \quad (10)$$

avec $q' = 2r/d$

r : distance entre l'interface et la dislocation qui glisse dans le substrat

Si on prend les mêmes valeurs que précédemment pour r et d , soit $r = 0,1 \mu\text{m}$ et $d = 0,5 \mu\text{m}$, on trouve $F_i / l = 5,8 \times 10^{-4}$ N/m, soit une contrainte équivalente de 1,4 MPa.

La tension de ligne F_l et la force de rappel F_r exercée par l'interface sont donc les forces les plus importantes qui tendent à maintenir les dislocations à l'interface : leur ordre de grandeur (20 MPa) est bien supérieur à celui (2 MPa) de la seule force F_a qui a tendance à pousser ces dislocations dans le substrat. L'analyse des forces effectuée ci-dessus ne permet donc pas de rendre compte de la formation de dislocations coin dans le substrat. Il faut noter, cependant, que le calcul de la force d'attraction F_a a été effectué dans le cas simple de deux dislocations parallèles de longueur infinie et situées dans le plan de l'interface. La configuration initiale que nous proposons dans notre modèle est plus complexe puisqu'elle associe une réaction d'annihilation et une réaction de jonction à chaque formation de dislocation coin (figure IV. 3); le point important à rappeler est que chacune de ces réactions conduit à l'observation de segments de dislocations dans le substrat (figure IV. 9), la distance entre ces segments est alors D' avec $D' = D - r/\sqrt{2}$ inférieure à la distance D séparant les deux dislocations qui vont réagir pour donner une dislocation coin (figure IV. 14) : la force d'attraction F_a appliquée à ces segments doit alors être supérieure à celle calculée avec la distance D .

- les mesures effectuées par stéréomicroscopie sur les coins V qui résultent des annihilations (annexe 2) montrent que les segments de dislocation

correspondants peuvent être trouvés, dans le substrat, jusqu'à des distances de l'ordre de $0,2 \mu\text{m}$ de l'interface.

- la longueur moyenne des jonctions observées étant de l'ordre de $0,06 \mu\text{m}$ (paragraphe IV. 2. 3), les segments repoussés dans le substrat lors de la formation de ces jonctions ($B'A'$ et $A'X'$ dans le cas de la figure IV. 9. b) se trouvent à des distances de l'interface qui sont bien sûr du même ordre de grandeur.

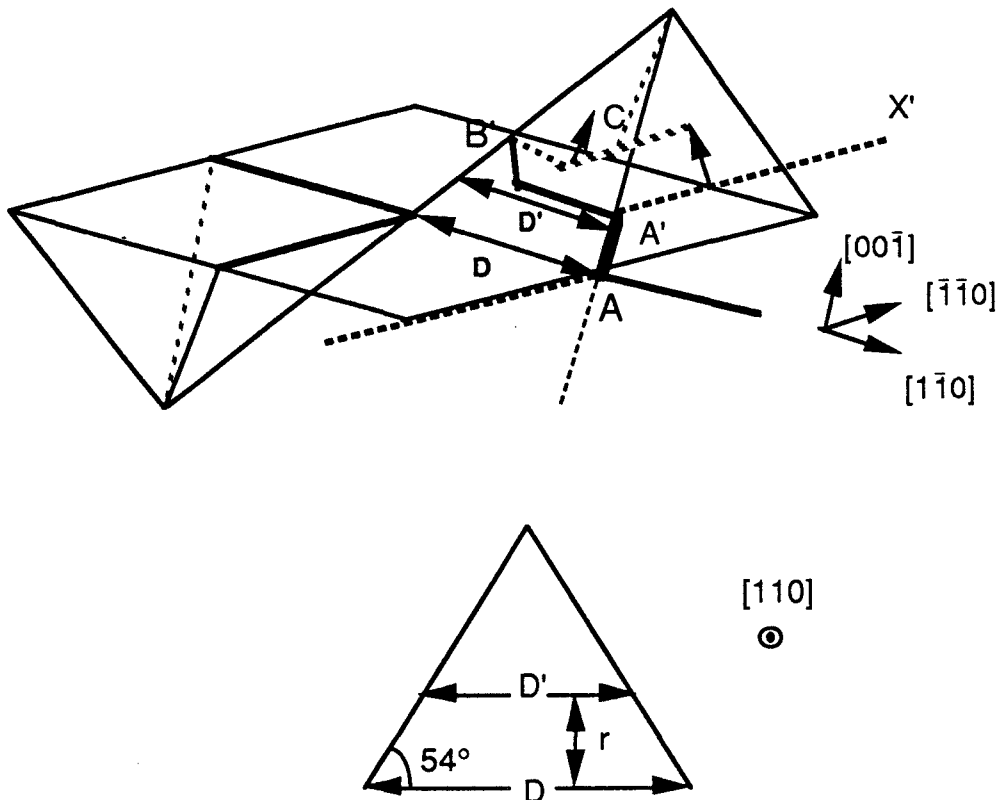


Figure IV.14. : Schémas permettant de calculer la distance $D' < D$ entre les segments de dislocation qui ont glissé dans le substrat à une distance r de l'interface.

Ces distances étant du même ordre de grandeur que la distance D , on comprend donc que, localement, les distances entre segments qui s'attirent puissent être bien inférieures à la distance D (figure IV. 14) et que par conséquent la force d'attraction F_a correspondante puisse devenir du même ordre de grandeur que les forces F_l et F_r qui ont tendance à maintenir les dislocations dans le plan de l'interface. Par exemple, avec $D = 0,3 \mu\text{m}$ et $r = 0,2 \mu\text{m}$, on trouve $D' = 0,017 \mu\text{m}$, ce qui correspond à une force d'interaction de $16,8 \text{ N/m}$, soit une contrainte équivalente σ_a de 42 MPa (contre 2 MPa lorsque $D = 0,3 \mu\text{m}$).

Dans ces conditions, les segments les plus proches peuvent réagir, localement, pour donner une dislocation coin qui s'allonge ensuite de proche en proche, de la même façon qu'on refermerait une fermeture éclair.

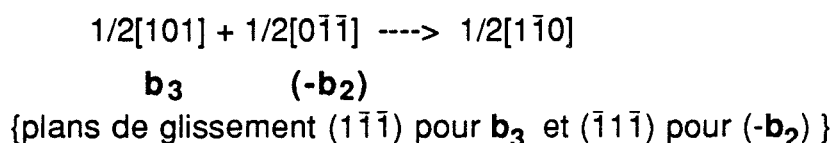
IV. 2. 4. β . Influence de la dissociation.

Dans le cas des dislocations coin, on ne peut pas conclure pour l'instant quant à l'existence d'une dissociation, pour les deux raisons suivantes :

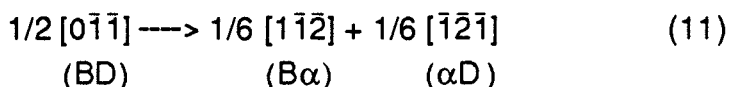
- les images que nous avons réalisées en champ faible sur les dislocations coin n'ont pas permis de mettre en évidence une dissociation de ces dislocations. Cependant, le plan de dissociation de type $\{111\}$ étant incliné d'environ 55° par rapport au plan (001) de la lame, il est difficile de mettre en évidence dans ces conditions toute dissociation inférieure à ~ 3 nm.

- la densité linéique de ces dislocations étant en moyenne inférieure à 10^{-3} cm^{-1} , il est pratiquement impossible d'observer ces dislocations en haute résolution.

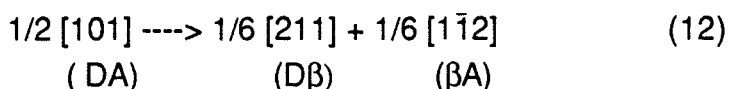
Examinons, par exemple, le cas d'une dislocation coin qui se forme par l'intermédiaire de la réaction (1), soit :



La dislocation de vecteur de Burgers $(-\mathbf{b}_2)$ (ou BD suivant la notation de Thompson) est dissociée dans le plan $(\bar{1}1\bar{1})$ selon la réaction:



La dislocation de vecteur de Burgers \mathbf{b}_3 (ou DA) est dissociée dans le plan $(1\bar{1}\bar{1})$ selon la réaction:



L'ordre des dislocations partielles est imposé par le fait que la couche épitaxiée est en compression et que les demi-plans supplémentaires de ces partielles sont donc dirigés vers le substrat. Il en résulte que la partielle à 30° est située en-dessous de

la partielle à 90° comme indiqué sur la figure III. 21 lorsque la faute d'empilement est intrinsèque.

La dislocation coin qui se forme par réaction des dislocations BD et DA est une dislocation de Lomer-Cottrell dont la structure est schématisée sur la figure IV. 15 suivant la réaction (13) :

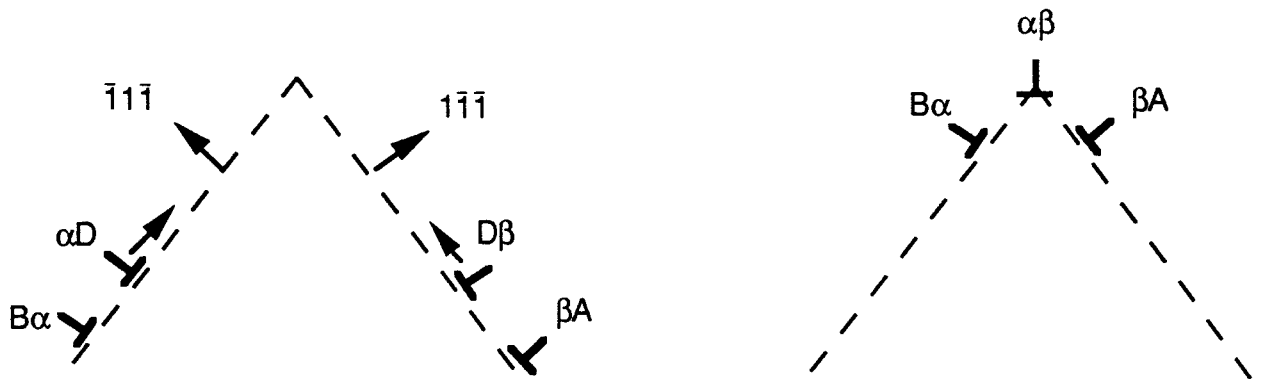
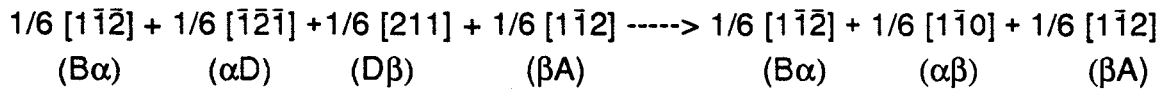
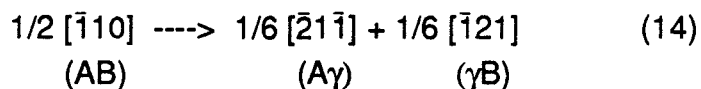


Figure IV.15.: Formation d'une dislocation de Lomer-Cottrell dans le substrat.

Une telle configuration est sessile et la dislocation résultante devrait toujours être observée strictement parallèle à la direction $[110]$. Or, comme nous l'avons déjà noté, cette dislocation coin peut ne pas être strictement rectiligne (figures IV. 2 et IV. 6). Ceci a été auparavant remarqué par K.H.Chang et al. [3] et ces auteurs ont invoqué un mécanisme de montée pour rendre compte de leurs observations. Dans notre cas, la croissance des couches de GaInAs par épitaxie par jets moléculaires a été effectuée à 823 K, soit environ la moitié de la température de fusion de GaAs, et il nous paraît donc peu probable que ce caractère non rectiligne puisse être dû à de la montée. Nous pensons que ce caractère est plutôt dû au glissement de la dislocation de Lomer-Cottrell dans le plan (001). Ce type de glissement a déjà été signalé au paragraphe IV. 2. 3 dans le cas de dislocations non dissociées et il a été également observé par De Cooman et Carter [11] dans le système (Ga,In)P/GaAs. Nous allons montrer maintenant qu'il peut être étendu au cas des dislocations dissociées.

Nous allons pour ceci transposer à notre cas, le mécanisme de glissement (001) des verrous de Lomer-Cottrell proposé par Karnthaler [12] dans le cas de

certaines métaux de structure cubique à faces centrées (Ni, Cu et Ag). Nous avons vu au paragraphe IV. 2. 3 que le mode de formation des dislocations coin implique que chacune d'entre elles soit reliée aux deux dislocations à 60° qui lui ont donné naissance par une jonction (telle que AI sur la figure IV. 9. d). Cette jonction est située dans le plan $(11\bar{1})$ et peut se dissocier suivant la réaction :



avec une recombinaison au niveau du noeud I (figure IV. 16) qui permet à ce dernier de glisser dans la direction $[1\bar{1}0]$ en donnant naissance à un segment de dislocation I'K, segment qui peut glisser dans le plan (001) en s'allongeant lorsque les noeuds I' et K se déplacent, respectivement dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[110]$. Ce glissement permet donc de rendre compte de l'aspect non rectiligne des dislocations coin au voisinage de la jonction AI.

IV. 2. 5. Effet cathodoplastique.

Le glissement de certaines dislocations sous l'effet du faisceau électronique a été observé dans quelques cas. Ceci est illustré sur les figures IV.17 et IV.18. Ce glissement se produisant très rapidement dès le début d'observation, il ne nous est pas possible de montrer une micrographie électronique correspondant à la configuration initiale de la figure IV.17 a : cette configuration est constituée de deux dislocations de vecteurs de Burgers ($-b_2$) et b_3 qui ont glissé dans le substrat pour donner une dislocation coin (b_\perp); l'allongement de cette dernière s'est fait par glissement des dislocations ($-b_2$) et (b_3) vers la gauche de la figure. La figure IV.17.b schématise le déplacement, sous l'effet du faisceau électronique, des deux dislocations à 60° précédentes, déplacement qui s'effectue cette fois-ci vers la droite de la figure, c'est à dire en sens inverse de la formation de la dislocation coin. La configuration qui en résulte est montrée sur la micrographie de la figure IV.18.a qui a été réalisée après quelques secondes d'observation. Le segment de dislocation BC est une dislocation coin de vecteur de Burgers $1/2 [1\bar{1}0]$ qui donne, avec le vecteur de diffraction $g = 2\bar{2}0$, un contraste double caractéristique. Entre les points C et D, on observe la superposition de cette dislocation et de la dislocation (b_3) qui a glissé vers le haut de la figure IV. 18. Enfin, entre les points A et D, on observe la superposition de la dislocation coin et des deux dislocations à 60° : l'observation d'un contraste non nul montre que, dans cette partie, les

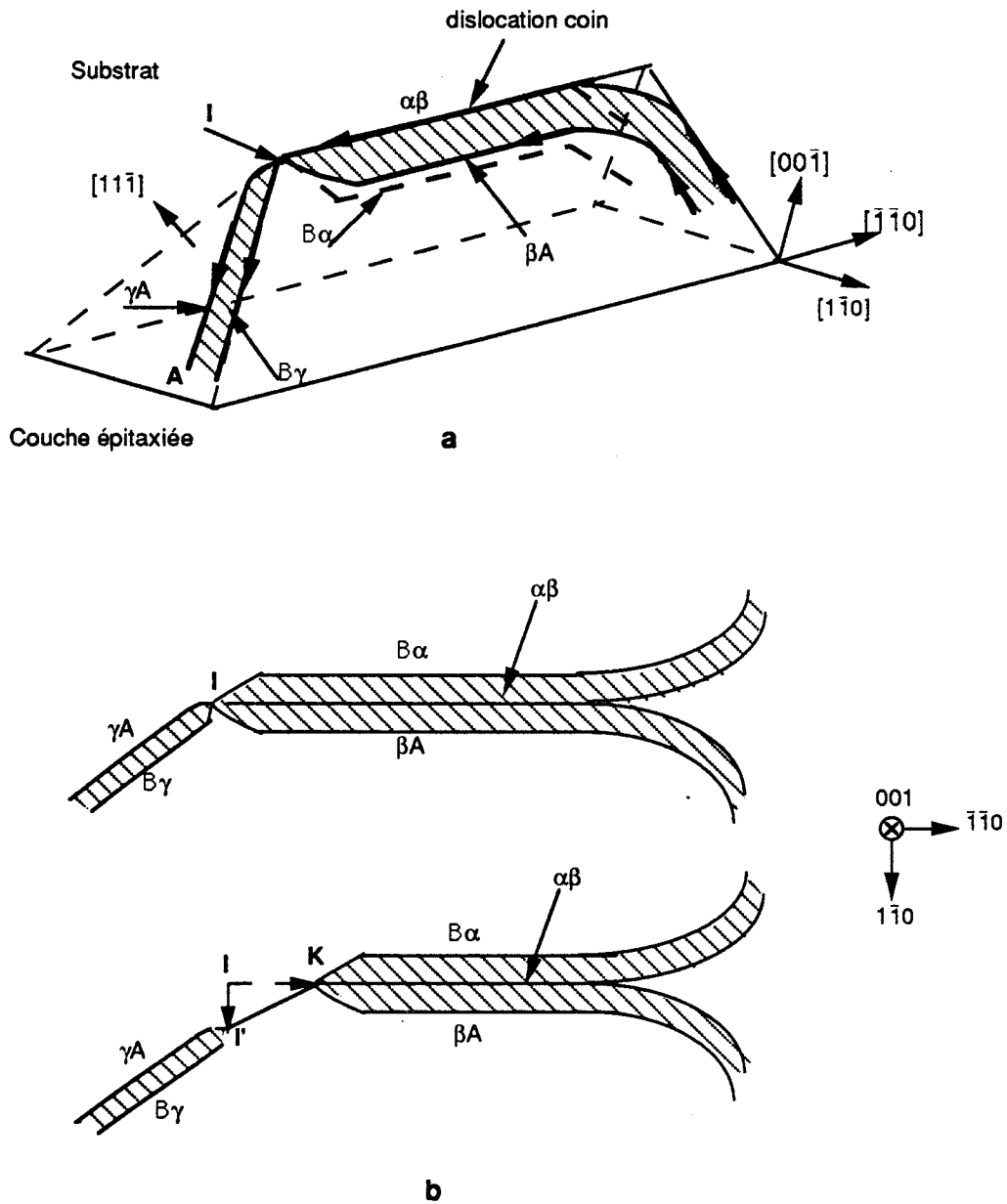


figure IV.16.: Schéma montrant la transformation d'une dislocation de Lomer-Cottrell en une dislocation I'K glissile dans le plan (001). Les fautes d'empilement sont indiquées par les zones hachurées.

a- Vue en perspective de la configuration initiale.

b- Projection (001). La transformation commence au noeud recombéné I.

dislocations ($-b_2$) et (b_3) n'ont pas réagi et qu'il n'y a donc pas eu d'annihilation avec la dislocation coin.

La micrographie de la figure IV. 18. b montre la configuration observée quelques secondes plus tard (cette configuration est schématisée sur la figure IV. 17. c). Les dislocations ($-b_2$) et (b_3) ont continué à glisser vers le haut de la figure et le point A s'est déplacé en A', montrant ainsi qu'il y a eu annihilation entre ces deux positions.

Ces observations mettent donc en évidence un effet cathodoplastique dans le système GaInAs/GaAs. A notre connaissance, cet effet n' a été signalé qu'une fois auparavant dans ce système, dans le cas de dislocations émergentes [13]. Il a par contre été souvent observé dans les semiconducteurs III-V massifs GaAs [14, 15, 16] et InP [17]. L'explication qui en a été donnée repose sur l'injection de porteurs, pendant l'observation, qui crée des paires électron-trou. Ces paires se recombinent de façon non radiative au niveau des dislocations qui voient ainsi leur déplacement favorisé par diminution de l'énergie de nucléation des doubles décrochements. Dans ces études sur les matériaux massifs, la contrainte est obtenue par déformation in situ des échantillons. Dans le cas de nos hétérostructures, la contrainte dans le substrat est probablement due à un effet de relaxation de lame mince.

IV. 3. MULTIPLICATION DES DISLOCATIONS DE DESADAPTATION DE RESEAU

IV. 3. 1. Introduction.

Les mécanismes de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau proposés à ce jour peuvent être classés en deux grandes catégories :

1. Dans la première catégorie, le processus de multiplication se développe à partir des dislocations émergentes qui apparaissent, comme nous l'avons vu au chapitre précédent, dans la couche épitaxiée, soit par répliation des dislocations de croissance, soit à la suite du fonctionnement de sources de surface. Tuppen *et al.* [18], Washburn et Kvam [19] et dernièrement Capano [20] ont proposé, pour le système SiGe/Si, des mécanismes de multiplication voisins qui sont tous basés sur le glissement dévié des parties vis de ces dislocations émergentes : la multiplication se fait par un mécanisme de type Frank-Read à un ou deux points d'ancrage, formé(s) lors du glissement dévié. A notre connaissance, ce type de mécanisme n'a été observé que dans le système SiGe/Si.

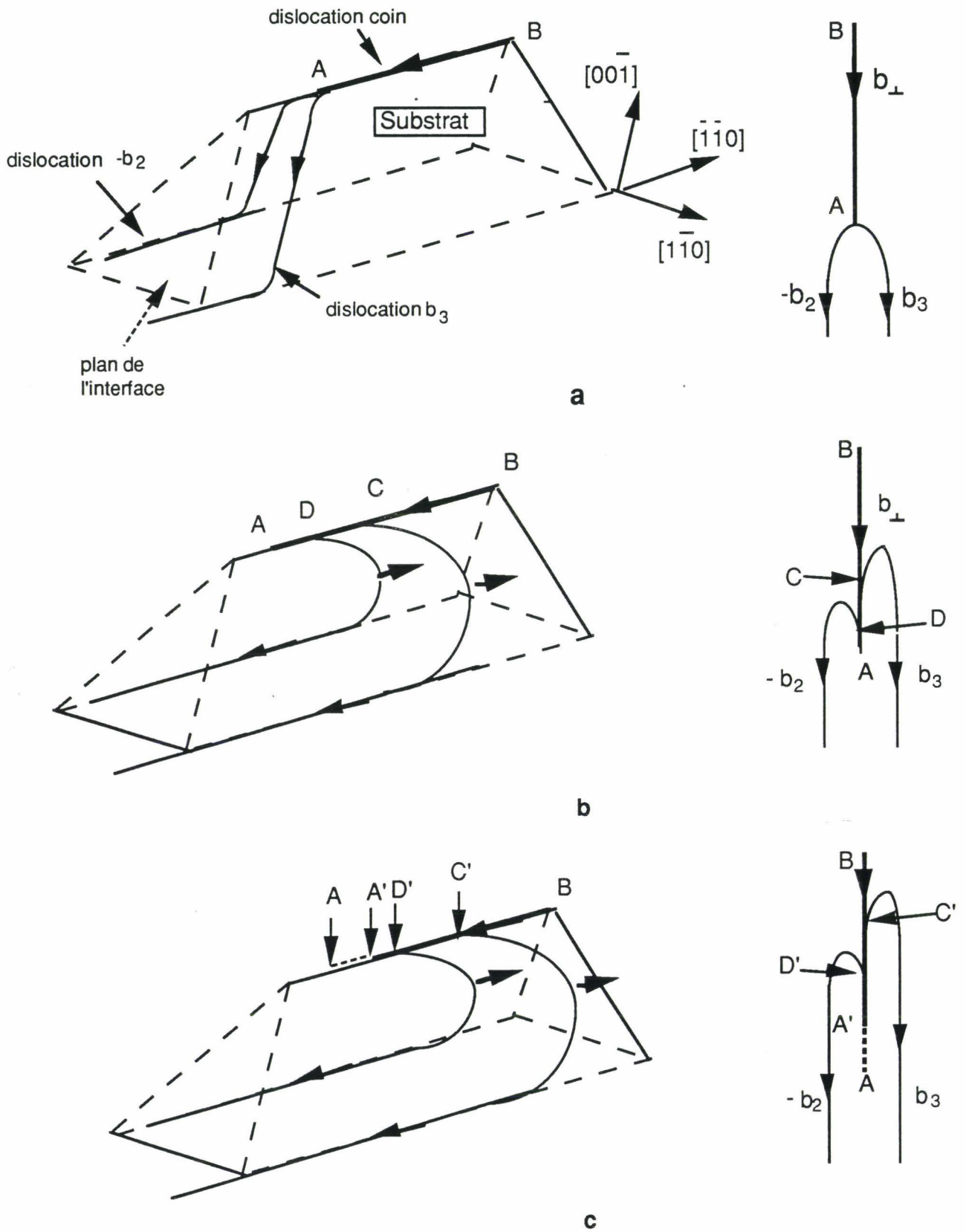
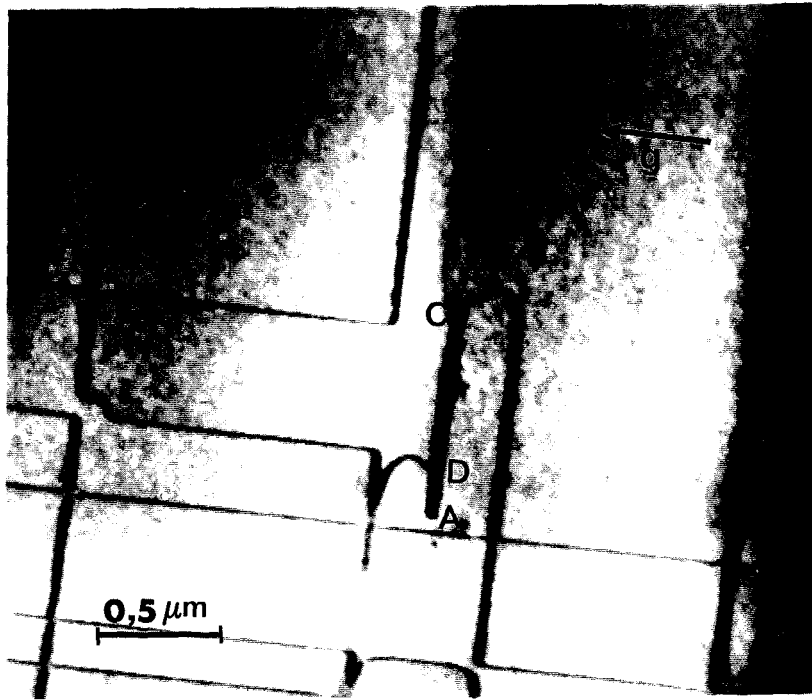
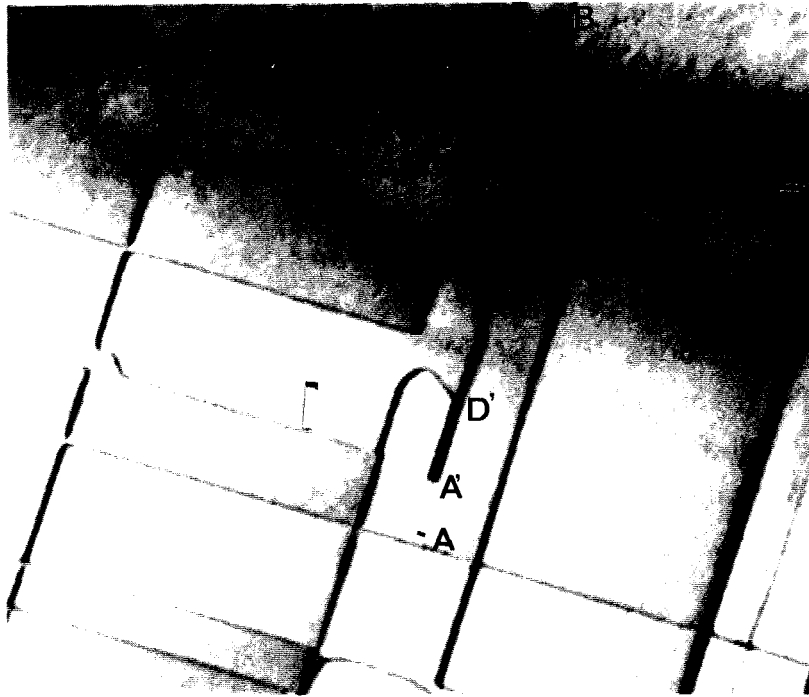


Figure IV.17. : Effet cathodoplastique. Schéma montrant l'évolution des dislocations de la figure IV.18.



a



b

Figure IV.18. : Effet cathodoplastique. Champs clairs. $g = \bar{2}20$



2. Dans la deuxième catégorie, le processus de multiplication se développe à partir des réactions d'annihilation entre dislocations de désadaptation perpendiculaires et possédant des vecteurs de Burgers identiques.

* Le premier modèle de ce type a été proposé par Hagen et Strunk [21] dans le cas du système Ge/GaAs. Ce modèle repose sur le fait que le coin V résultant de chaque annihilation se trouve dans la couche épitaxiée. Sous l'action de la force image exercée par la surface libre, les deux segments constituant ce coin V émergent en surface, y subissent un glissement dévié et donnent ainsi naissance à de nouvelles dislocations dans le plan de l'interface.

* Le deuxième type de modèle a été proposé d'une part par Lefebvre *et al.* [1] pour le système GaInAs/GaAs, et d'autre part par LeGoues *et al.* [22, 23] pour le système SiGe/Si. Il repose sur le fait que contrairement au cas précédent, le coin V est situé dans le substrat [24].

Nous nous intéresserons par la suite à ce deuxième type de modèle. Nous allons d'abord rappeler le modèle de multiplication proposé dans le système GaInAs/GaAs [1], préciser certains points importants qui posaient encore problème dans cette référence et enfin comparer ce modèle à celui établi pour le système SiGe/Si.

IV. 3. 2. Mécanisme de multiplication dans le système GaInAs/GaAs.

Les sources de dislocations ont été observées dans des échantillons amincis sur la tranche, de pôle [110] et contenant, soit des superréseaux constitués d'un empilement de 10 périodes {Ga_{1-x}In_xAs (100Å); GaAs(200Å)}, avec un taux d'indium x de 16% (figure IV.19), soit des couches métamorphiques qui seront étudiées plus en détail au chapitre V. L'interprétation proposée est schématisée sur la figure IV.20 qui montre quelques séquences du développement, à partir d'un coin V, d'une boucle donnant naissance à une nouvelle dislocation de désadaptation.

La séquence (a) montre un coin V formé à partir d'une annihilation entre dislocations de même vecteur de Burgers $\mathbf{b}_3 = 1/2 [101]$: les segments AB et BC constituant ce coin V ont glissé dans le substrat, respectivement dans les plans $(\bar{1}11)$ et $(11\bar{1})$.

La séquence (b) montre une évolution dissymétrique de ce coin V : le segment AB est immobile tandis que le segment BC glisse dans le plan $(11\bar{1})$ pour

donner une demi-boucle hexagonale BDEF constituée de deux segments à 60° (DE et EF) et d'un segment vis BD.

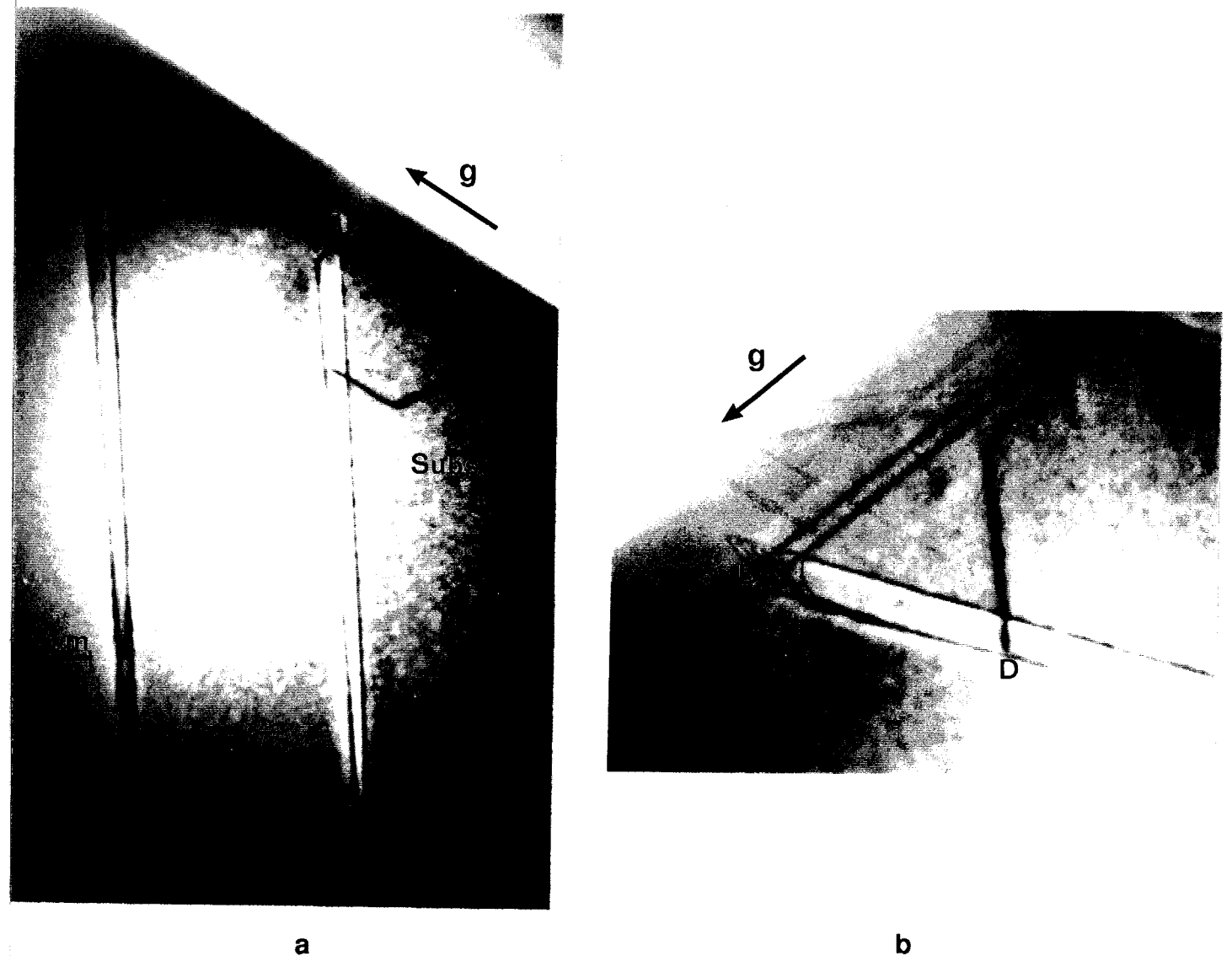
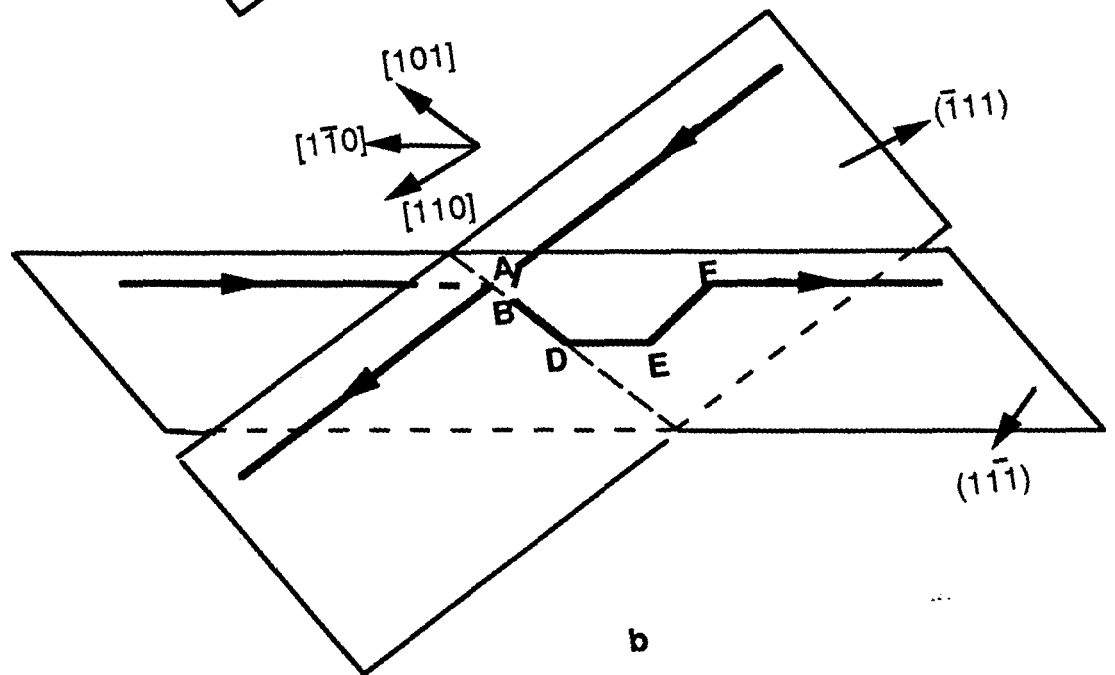
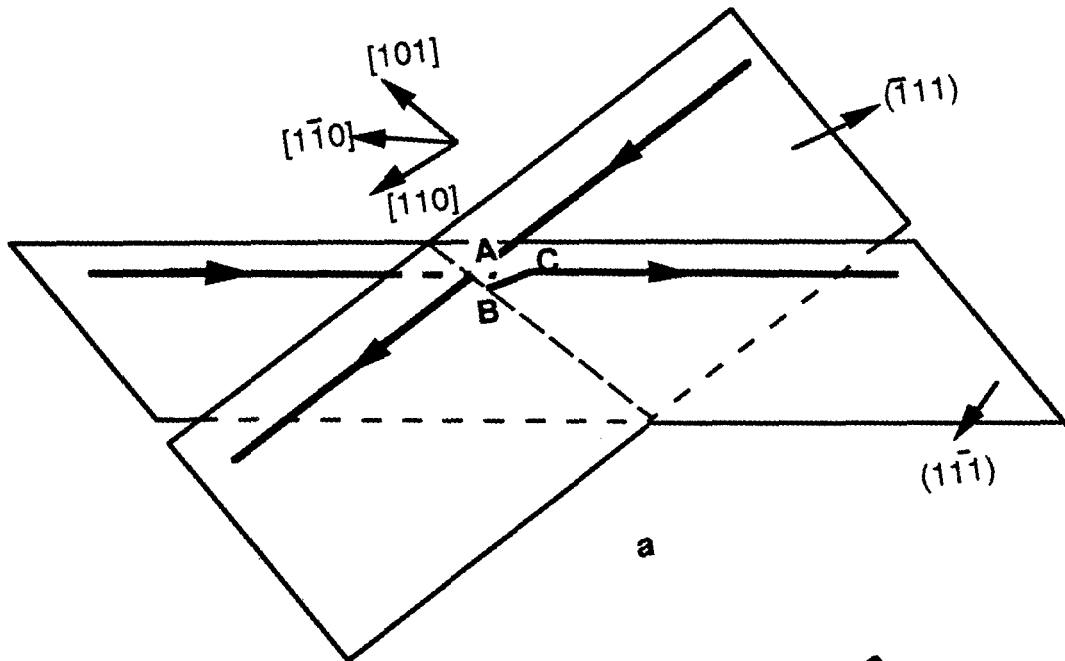


Figure IV.19. : a- Sources de dislocations à l'interface substrat-couche épitaxiée : six nouvelles dislocations ont été créées à cette interface. Champ clair, $g = 2\bar{2}0$.
 b- Agrandissement de la région cerclée en a. Champ clair, $g = 2\bar{2}0$.

La séquence (c) montre la déviation du segment vis BD dans le plan $(\bar{1}11)$, ce qui conduit à la formation d'une demi-boucle BGHD dans ce plan de déviation.

Le glissement ultérieur de cette demi-boucle à partir des points d'ancrage B et D, est indiqué sur la séquence (d) : le segment IJ parallèle à la direction $[110]$ constitue une nouvelle dislocation de désadaptation de réseau. On imagine

aisément la suite : la demi-boucle BGHD constitue avec ses deux points d'ancrage B et D une source du type Frank-Read qui est capable de donner naissance à un ensemble de boucles qui se développent dans le plan de déviation $(\bar{1}11)$. Ceci est illustré sur la micrographie électronique de la figure IV. 19 . On retrouve bien sur cette figure les points d'ancrage B et D de la figure IV.20.d et surtout les segments de dislocation IJ parallèles à la direction $[110]$, et qui sont donc de nouvelles dislocations de désadaptation de réseau.



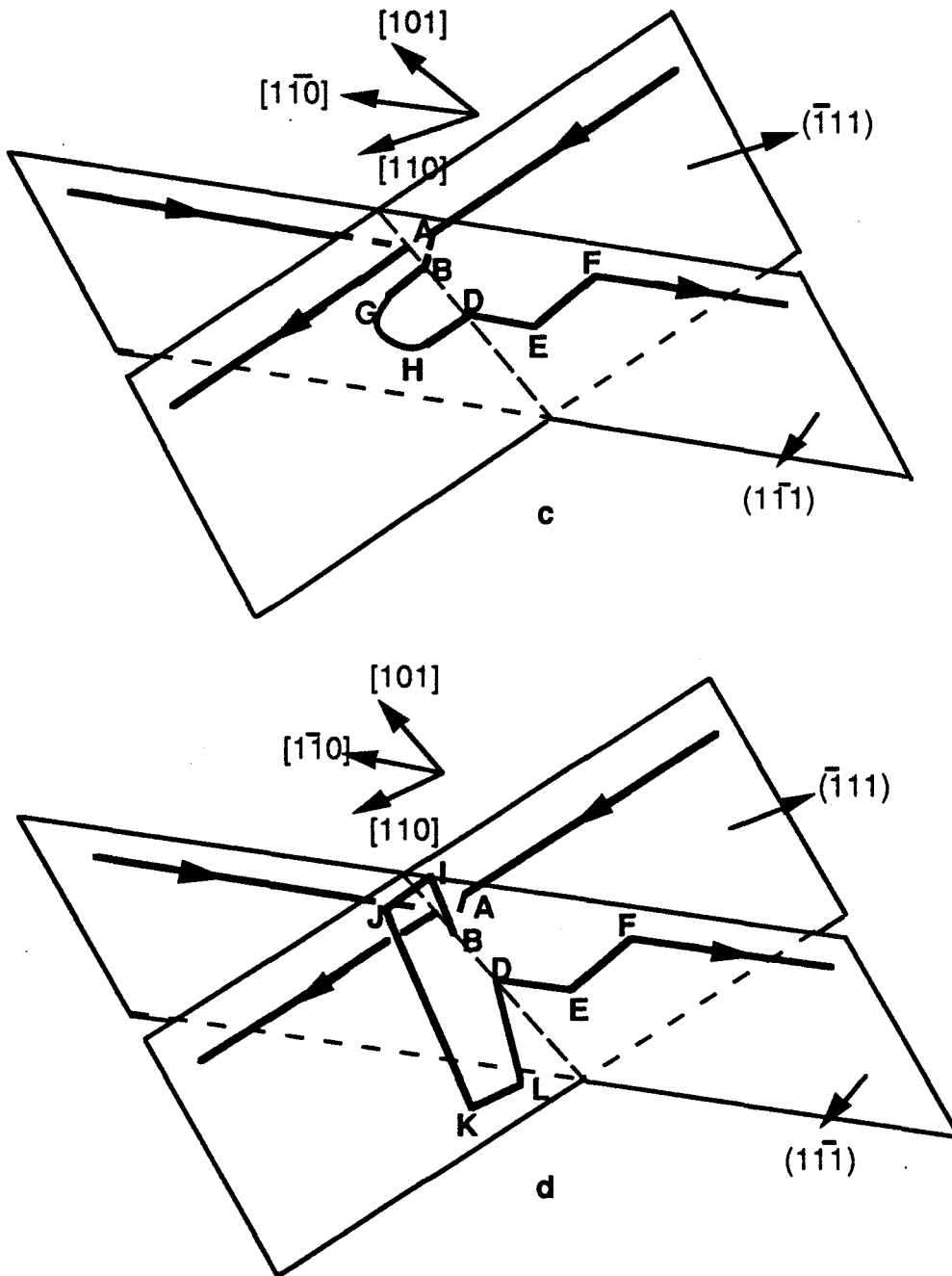


Figure IV.20.: a- Interaction entre dislocations de désadaptation de même vecteur de Burgers b_3 avec formation d'un coin V dans le substrat.
 b- Glissement du segment BC donnant lieu au développement d'une demi-boucle BDEF dans le plan $(11\bar{1})$. Le segment BD est de caractère vis.
 c- Glissement dévié du segment vis BD dans le plan $(\bar{1}11)$ conduisant à la formation d'une demi-boucle BGHD.
 d- Glissement de la boucle BGHD dans le plan de déviation. Les points B et D immobiles sont des points d'ancrage. Le segment IJ parallèle à [110] constitue une nouvelle dislocation de désadaptation.

Nous allons préciser maintenant préciser certains points abordés dans la référence [1].

1) L'observation de sources de dislocations fonctionnant dans le substrat implique l'existence de contraintes dans ce substrat, au moins dans les zones proches de l'interface, là où sont observées les boucles issues de ces sources. Nous avons donc essayé de mettre en évidence les déformations correspondantes du substrat à l'aide de la technique du faisceau convergent. Les clichés de la figure IV.21 ont été réalisés sur un échantillon aminci sur la tranche de pôle [110], avec un axe de zone [798 603 0], soit sur une zone située à plusieurs microns de l'interface dans le substrat (cliché a), soit sur une zone située à 0,2 μm de l'interface dans le substrat (cliché b). Ces deux clichés ne présentant aucune différence notable et la précision de la mesure du paramètre cristallin étant de l'ordre de 5×10^{-4} nm, on en déduit que les contraintes dans les zones du substrat proches de l'interface sont si elles existent inférieures à 100 MPa.



a



b

Figure IV.21. : Clichés de diffraction électronique à faisceau convergent.

a- zone située dans le substrat à 5 μm de l'interface.

b- zone située dans le substrat à 0,2 μm de l'interface.

2) L'évolution dissymétrique du coin V décrite dans la séquence (b) observé dans les lames amincies sur la tranche (figure IV. 19) est un phénomène qu'on observe aisément dans les lames amincies parallèlement aux interfaces (figure IV. 22) (la surface observable étant beaucoup plus grande dans ce dernier cas, nous avons pu vérifier que l'évolution dissymétrique du coin V était un phénomène extrêmement fréquent).

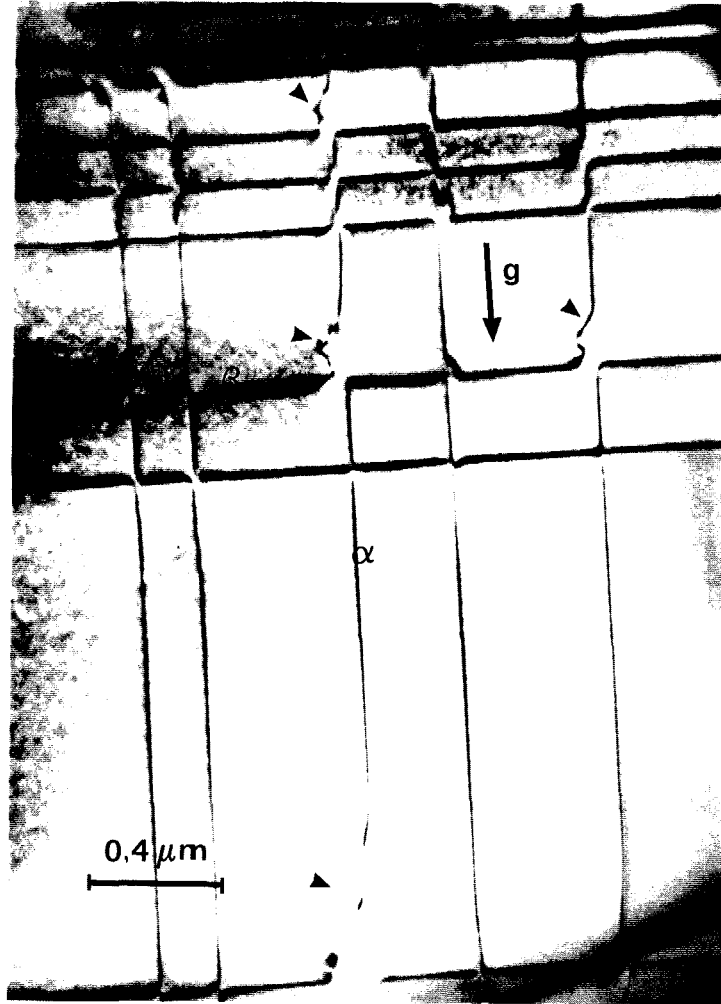


Figure IV.22.: Glissement asymétrique de plusieurs coins V (fléchés) dans le substrat (lame amincie parallèlement à l'interface). Champ clair. $g = 2\bar{2}0$.

Cette observation peut être expliquée en remarquant que le segment AB, immobile sur les figure IV. 20 est de type β tandis que le segment BC mobile est de type α . On sait depuis une vingtaine d'années, à partir d'expériences de déformation plastique réalisées sur des cristaux massifs de GaAs, que la vitesse des dislocations α est plus grande que celle des dislocations β et vis et ceci particulièrement dans le cas de GaAs non dopé pour lequel le rapport des vitesses est de l'ordre de 10^2 à 10^3 (voir par exemple [25]). Cette mobilité plus grande des

dislocations α , d'abord observée dans des conditions de température et de contrainte moyennes (c'est à dire avec des ordres de grandeur, respectivement de 400°C et de quelques dizaines de MPa) a été confirmée lors d'essais à basse température et sous très forte contrainte [26]. Enfin des essais de déformation in situ en microscopie électronique en transmission ont conduit au même résultat [16]. Ce résultat est donc bien établi pour une large gamme de température et de contrainte, y compris dans le cas de la déformation in situ qui s'effectue sur des lames minces d'épaisseur tout à fait comparable à l'épaisseur des couches épitaxiées. Il nous paraît donc légitime d'utiliser ce résultat dans le cas de nos hétérostructures et d'expliquer l'évolution dissymétrique du coin V (figure IV.20.b) par le fait qu'il est constitué de deux segments de types α et β présentant des mobilités très différentes.

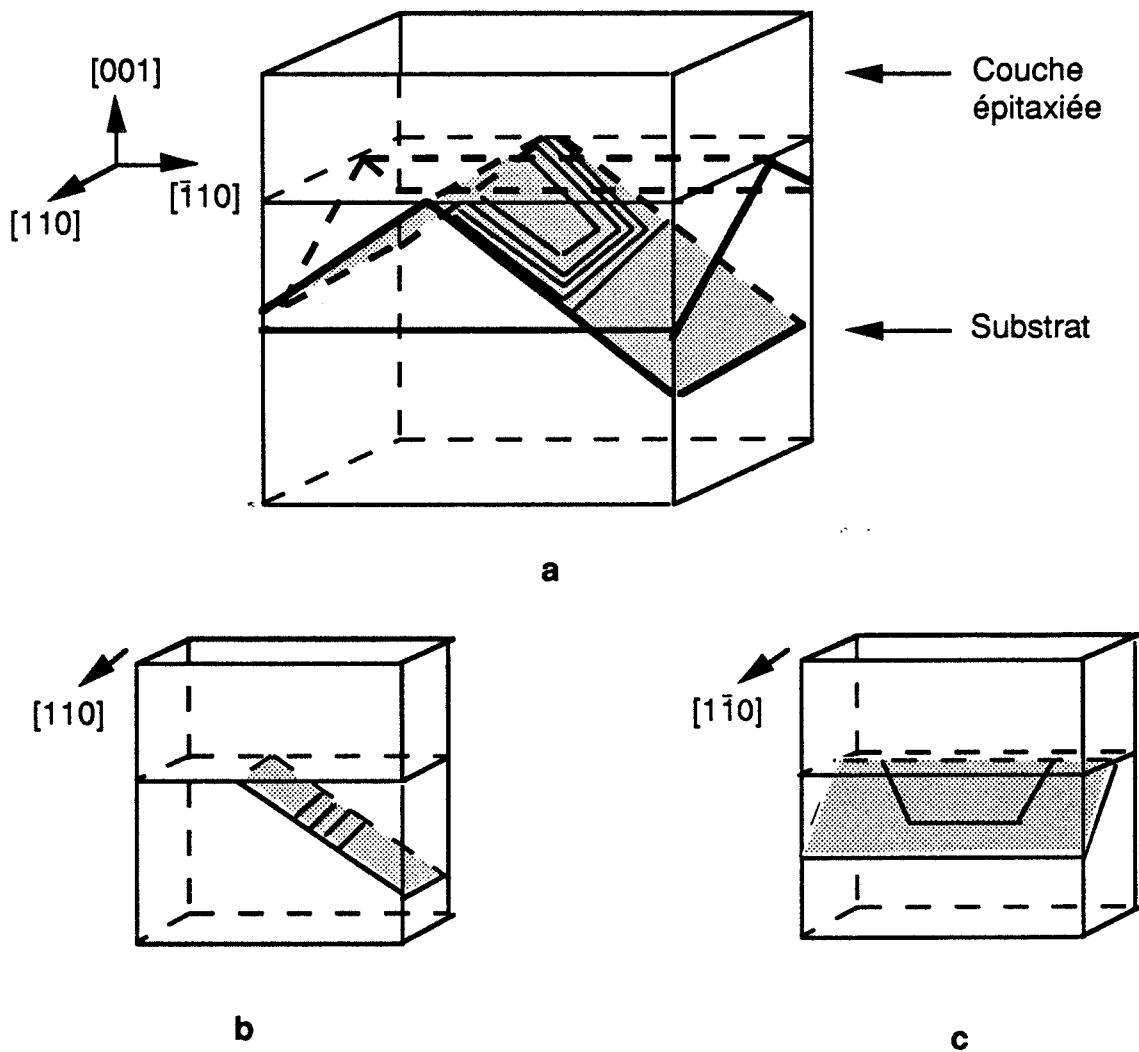


Figure IV.23. : a- Demi-boucles contenues dans les plans $\{111\}$, en zone avec $[110]$ (hachurés)
 b- Observations de ces boucles en lame mince de pôle $[110]$
 c- Observations de ces boucles en lame mince de pôle $[1\bar{1}0]$

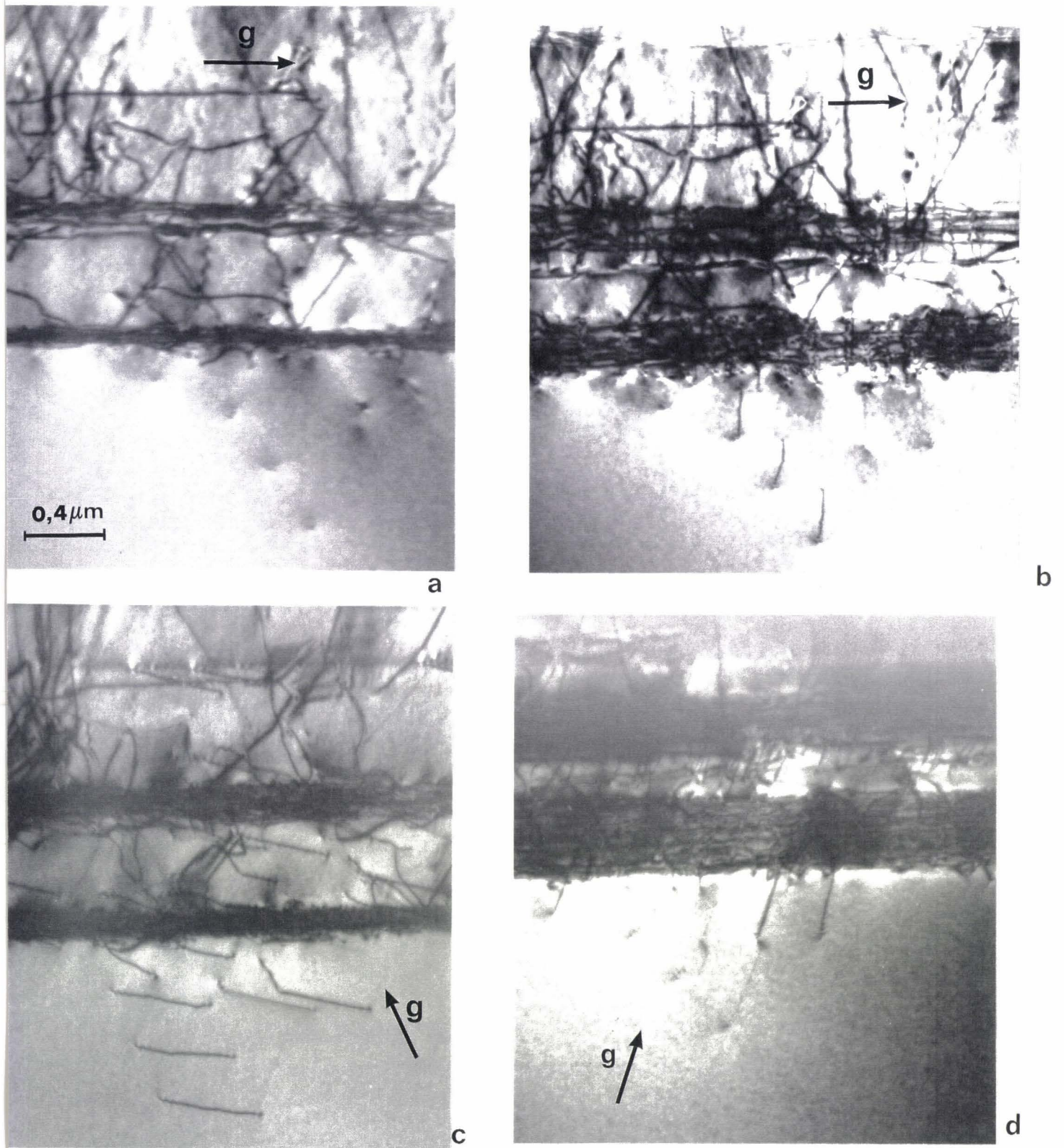


Figure IV.24. : Micrographies électroniques d'empilements de dislocations dans une lame amincie sur la tranche et de pôle [110].

a- champ clair ; $g = \bar{2}20$. Les dislocations sont debout

b- champ clair ; $g = \bar{.}220$

c- champ clair ; $g = 202$.

d- champ clair ; $g = 022$. Les dislocations sont éteintes.



Ce mécanisme de multiplication des dislocations de désadaptation permet donc de rendre compte de la création, à partir d'une dislocation α parallèle à la direction $[1\bar{1}0]$ de l'interface, d'un ensemble de dislocations β parallèles à la direction $[110]$ et possédant le même vecteur de Burgers. Le fonctionnement des sources qui conduisent à la formation de ces dislocations β nécessite le glissement, dans le substrat, de boucles dans les plans $(1\bar{1}1)$ et $(1\bar{1}\bar{1})$ qui sont en zone avec la direction $[110]$. Le caractère dissymétrique du mécanisme de multiplication implique donc qu'on n'observe les demi-boucles du substrat que dans les plans $(1\bar{1}1)$ et $(1\bar{1}\bar{1})$ et non pas dans les plans $(11\bar{1})$ et (111) en zone avec la direction $[1\bar{1}0]$. La figure IV.23 montre que dans ces conditions, l'examen des échantillons amincis sur la tranche et de pôle $[110]$ ne doit conduire qu'à l'observation de segments de dislocation parallèles à cette direction (figure IV.23.b) et que les demi-boucles ne peuvent être observées dans leur totalité que dans les échantillons de pôle $[1\bar{1}0]$ (figure IV.23.c). Ce point a pu être vérifié par un examen systématique des deux types d'échantillons. Ceci est illustré, par exemple, sur les figures IV.24 et IV.25 dans le cas d'échantillons contenant des couches métamorphiques. L'échantillon de pôle $[110]$ de la figure IV.24 présente deux empilements de dislocations parallèles à cette direction tandis que l'échantillon de pôle $[1\bar{1}0]$ de la figure IV. 25 présente des demi-boucles qui ont glissé dans les plans (111) ou $(11\bar{1})$.

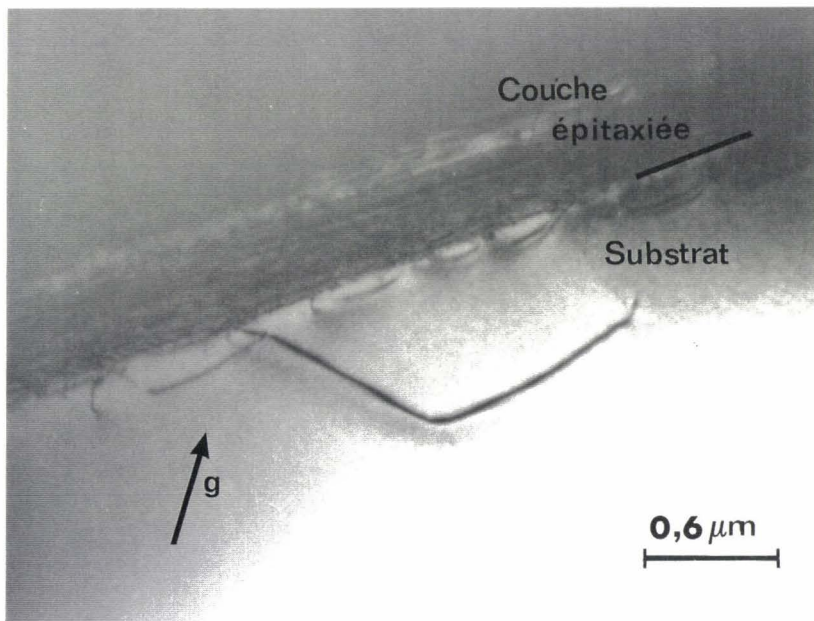
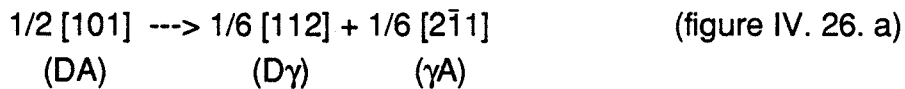


Figure IV.25.: Micrographie électronique d'empilements de dislocations dans une lame amincie sur la tranche et de pôle $[1\bar{1}0]$. Champ clair ; $g = 202$.

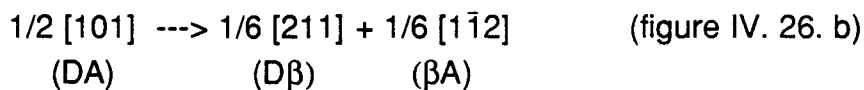


3) La séquence (c) fait intervenir le glissement dévié du segment vis BD. Ce segment est dissocié dans le plan primaire $(11\bar{1})$ suivant la réaction :



La dislocation partielle de tête (γA) est de type 30β tandis que la partielle de queue $(D\gamma)$ est de type 30α .

Après déviation dans le plan $(\bar{1}11)$, la dissociation s'effectue suivant la réaction :



L'examen de cette figure montre que la déviation s'effectue dans le demi-plan $(\bar{1}11)$ qui fait un angle aigu avec le demi-plan $(11\bar{1})$ dans lequel se trouvait le segment BD avant de dévier (si la déviation se faisait dans l'autre demi-plan $(\bar{1}11)$, elle conduirait à la formation, dans l'interface, de dislocations de signe opposé à celui de la dislocation IJ de la figure IV. 20. d, dislocations qui ne seraient donc pas de véritables dislocations de désadaptation de réseau puisqu'elles ne contribueraient pas à relaxer les contraintes de la couche épitaxiée).

La figure IV.27 illustre cette situation dans le cas d'une projection sur le plan (101) ; avant la déviation, la dislocation de vecteur de Burgers DA glisse dans le plan primaire $(11\bar{1})$, vers la droite de la figure; la symétrie par rapport au plan $(10\bar{1})$ montre qu'après déviation, la dislocation de vecteur de Burgers BA se déplace vers le haut de la figure et que la partielle de tête (βA) est maintenant de type 30α , tandis que la partielle de queue $(D\beta)$ est de type 30β . La déviation a donc pour effet d'inverser la nature des partielles de tête et de queue.

Les données sur les mobilités relatives des dislocations partielles dans GaAs sont moins nombreuses que dans le cas des dislocations parfaites. Là encore, une mobilité plus grande des dislocations 30α , d'abord observée dans les conditions de température et de contrainte moyennes rappelées ci-dessus [27] a été confirmée lors d'essais à basse température et sous très forte contrainte dans le cas de GaAs non dopé [28]. Cette différence de mobilité des partielles 30α et 30β permet de comprendre la différence de comportement des dislocations vis, vis à vis du glissement dévié [29] : les dislocation vis $(30\beta/30\alpha)$, possédant la partielle de type β moins mobile en tête, présentent un ruban de faute d'empilement qui a tendance à se rétrécir, ce qui favorise leur glissement dévié. Au contraire, les dislocation vis $(30\alpha/30\beta)$, possédant la partielle de type α plus mobile en tête,

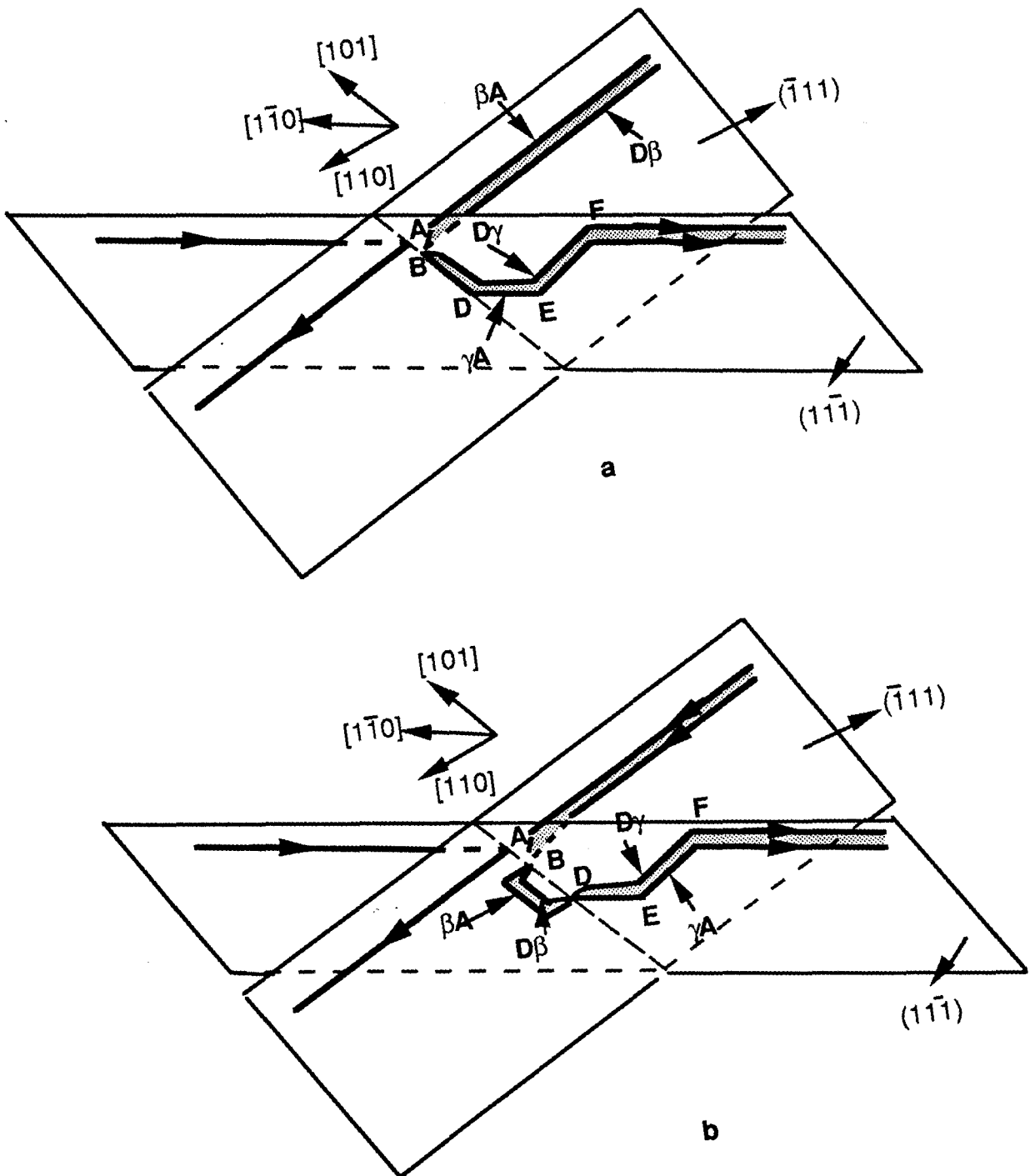


Figure IV.26. : Influence de la dissociation sur le glissement dévié intervenant dans le mécanisme de multiplication schématisé sur la figure IV.20.

présentent un ruban de faute qui a tendance à s'élargir et qui empêche donc leur glissement dévié.

L'examen des figures IV. 26 et IV. 27 montre que le segment vis BD présente les configurations $(30\beta/30\alpha)$ dans le plan primaire et $(30\alpha/30\beta)$ dans le plan de déviation, configurations qui correspondent aux conditions les plus favorables de glissement dévié d'après le modèle d'Escaig [30]. Ce modèle prévoit en effet que l'énergie d'activation du mécanisme de déviation varie dans le même sens que le rapport d/d' (d et d' sont respectivement les largeurs de dissociation dans le plan primaire et dans le plan de déviation) et que la déviation est donc d'autant plus probable que le rapport d/d' est petit : c'est bien le cas des figures IV.26.a et b puisque l'ordre des partiels γ est tel que le ruban de faute d'empilement est comprimé dans le plan primaire (largeur d) alors qu'il s'élargit dans le plan de déviation (largeur d' avec $d' > d$).

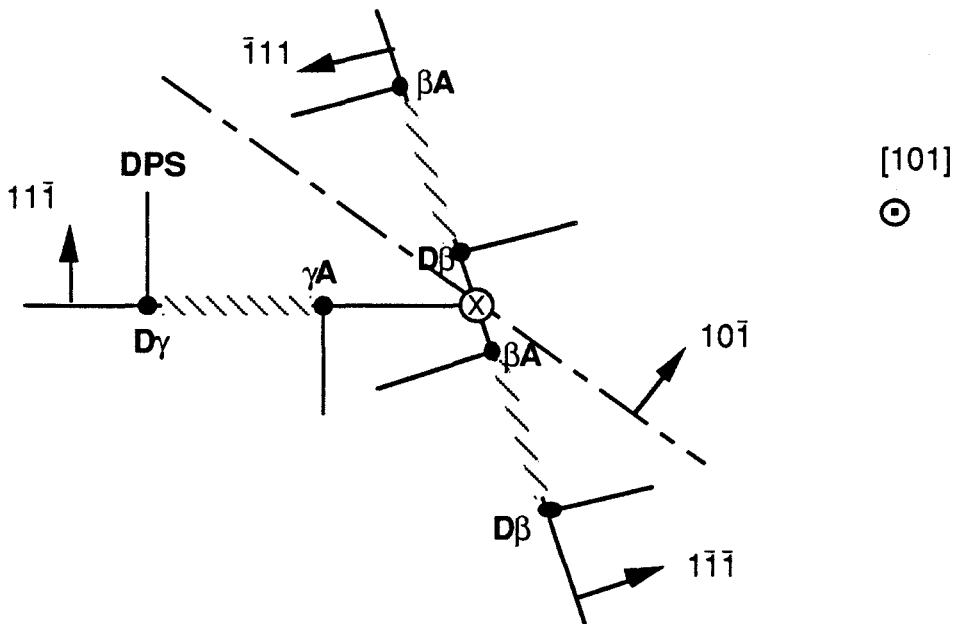


Figure IV.27. : Détermination de l'ordre des partiels après glissement dévié. DPS = demi-plan supplémentaire.

IV. 3. 3. Comparaison avec le mécanisme de multiplication du système SiGe/Si

Le modèle proposé par LeGoues et al. [22, 23], pour rendre compte d'un mécanisme de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau observé dans le système SiGe/Si, repose sur le même type de coin V que dans le modèle présenté ci-dessus dans le cas du système GaInAs/GaAs. La différence essentielle

entre ces deux modèles est due à l'absence de dissymétrie de glissement des deux segments constituant le coin V dans le cas de SiGe/Si : ces deux segments sont en effet strictement de même nature puisque, les cristaux de SiGe et de Si possèdent une structure centrosymétrique. Ils peuvent donc glisser sur leurs plans de glissement respectifs et donner naissance à de nouvelles dislocations suivant le processus décrit sur la figure IV.28 qui a été reproduite à partir de la référence [22]: le résultat, fondamentalement différent du nôtre, est que ces nouvelles dislocations se forment aussi bien dans la direction $[110]$ que dans la direction $[1\bar{1}0]$.

IV. 4. CONCLUSION

Lorsque la densité de dislocations devient suffisamment importante (espacement moyen entre dislocations parallèles de l'ordre du micron), les interactions entre dislocations de "misfit" perpendiculaires et de même vecteur de Burgers, conduisant à des réactions d'annihilation, favorisent:

- * d'une part, la formation des dislocations coin par glissement et recombinaison dans le substrat de deux dislocations de "misfit" parallèles. Dans ce cas, l'annihilation initie la formation de la dislocation coin qui se poursuit ensuite de proche en proche, de la même façon qu'on refermerait une fermeture éclair.

- * d'autre part, un mécanisme de multiplication conduisant à la formation de dislocations β . Ce mécanisme est basé sur la dissymétrie de glissement, dans le substrat, des coins V formés par les réactions d'annihilation. La partie α de chaque coin V glissant beaucoup plus vite que la partie β , elle donne naissance à un segment vis qui par glissement dévié donne deux points d'ancrage qui permettent le fonctionnement ultérieur d'une source de type Frank-Read: on crée ainsi uniquement des dislocations β à partir des dislocations α et β préexistantes.

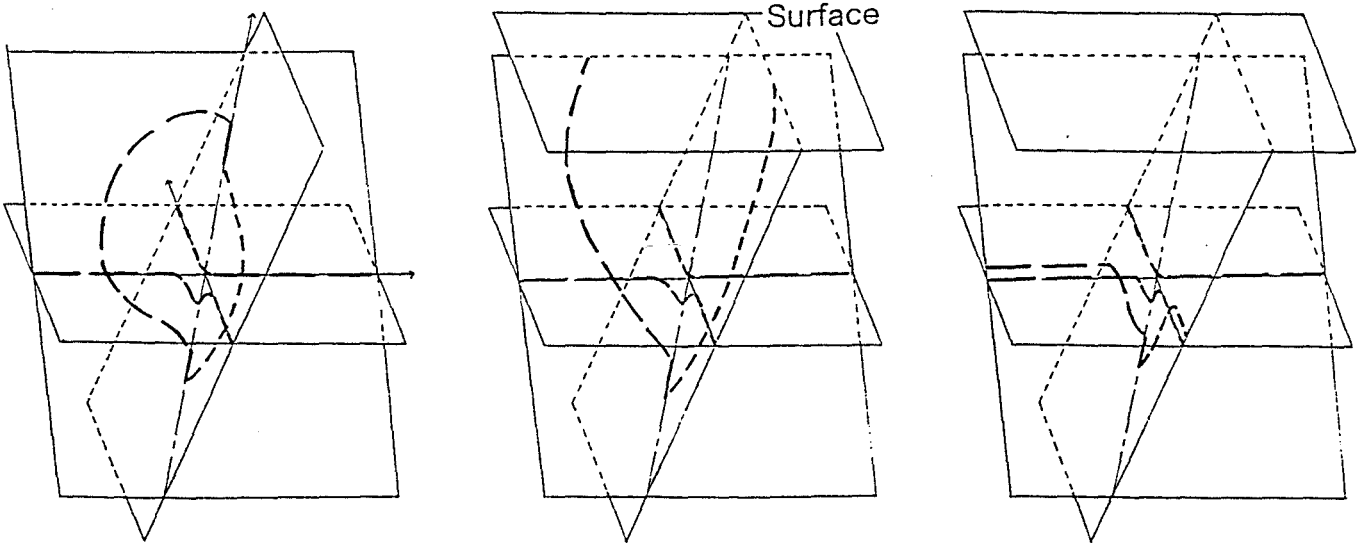
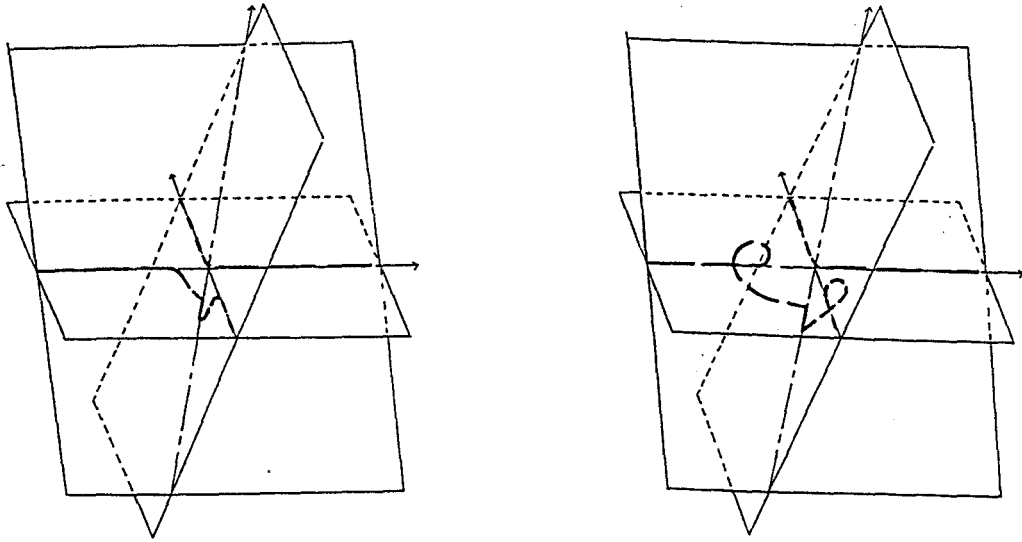
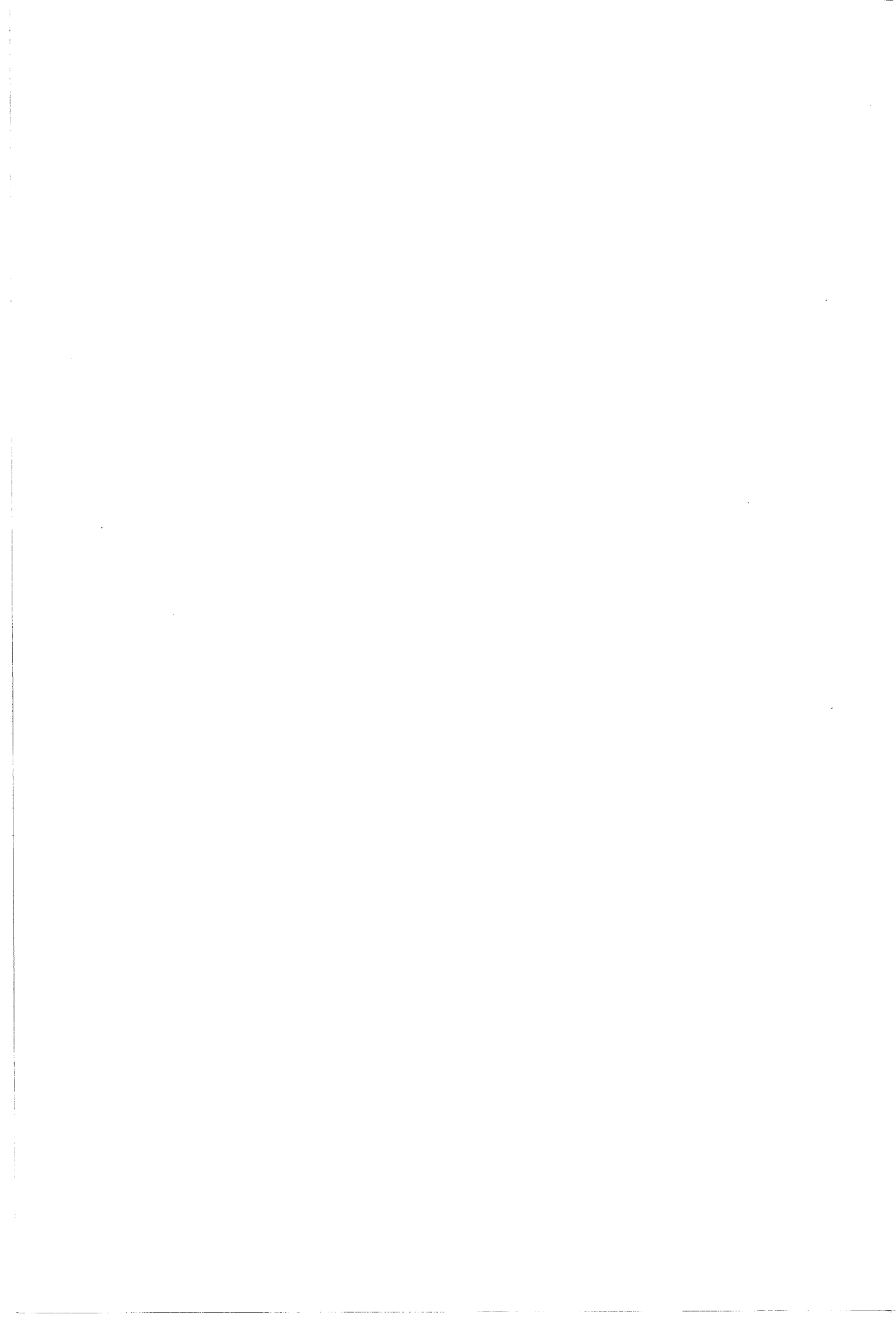
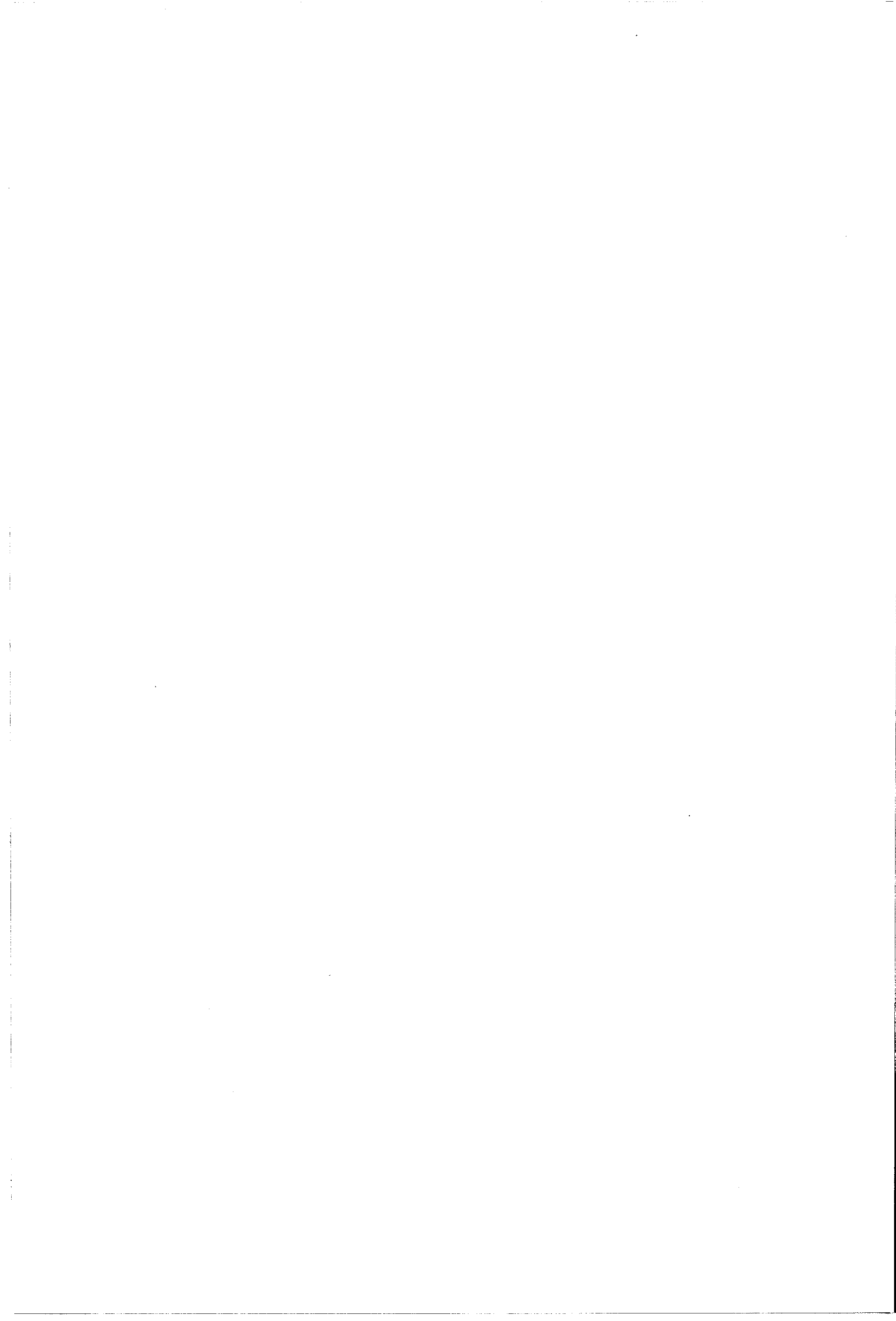


Figure IV.29. : Mécanisme de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau dans le système SiGe/Si [22,23].



Références du chapitre IV

- [1] A. Lefebvre, C. Herbeaux, C. Bouillet and J. Di Persio, *Phil. Mag Lett.* **63**, 23 (1991).
- [2] A. Fitzgerald, D.G. Ast, P.D. Kirchner, G.D. Pettit and J.M. Woodall, *J.Appl. Phys.*, **63**, 693 (1988).
- [3] K.H. Chang, P.K. Bhattacharya and R. Gibala, *J.Appl. Phys.*, **66**, 2993 (1989).
- [4] E.P. Kvam, D.M. Maher and C.J. Humphreys, *J.Mater. Res.* **5**, 1900 (1990).
- [5] P.B. Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley and M.J. Whelan, *Electron Microscopy of thin crystals*, R.E. Krieger Publishing Co. Inc., p.258 (1977).
- [6] C. Herbeaux, J. Di Persio and A. Lefebvre, *Phil. Mag. Lett.*, **54**, 1004 (1989).
- [7] V.I. Vdovin, L.A. Matveeva, G.N. Semenova, M. Ya. Skorohod, Yu. A. Tkhorik and L.S. Khazan, *Phys. stat. sol.(a)* **92**, 379 (1985).
- [8] M. Yu. Gutkin, M. Militzer, E. Romanov and V.I. Vladimirov, *Phys. stat. sol.(a)* **113**, 337 (1989).
- [9] N. Junqua and J. Grilhé, *Phys. stat. sol.(b)* **169**, 73 (1992).
- [10] J.P. Hirth and J. Lothe, *Theory of dislocations* (New York : Wiley) (1982).
- [11] B.C. De Cooman, C.B. Carter, Kam Toi Chan and J. R. Shealy, *Acta metall.* **37**, 2779 (1989).
- [12] H.P. Karnthaler, *Phil. Mag. A* **38**, 141 (1978).
- [13] K. R. Breen, P. N. Uppal and J. S. Ahearn, *J. Vac. Sci. Technol.* **B7 (4)**, 758 (1989).
- [14] K. Maeda and S. Takeuchi, *J. Physique, Colloque C4*, **44**, 375 (1983).
- [15] K. Maeda, K. Suzuki, M. Ichihara and S. Takeuchi, *J. Appl. Phys.* **56**, 554 (1984).
- [16] D. Caillard, N. Clément, A. Couret, Y. Androussi, A. Lefebvre and G. Vanderschaeve, *Microscopy of Semiconducting Materials*, *Inst. Phys. Conf.*, **87**, 361 (1987).
- [17] M. Zafrany, F. Voillot, J. P. Peyrade, D. Caillard, A. Couret and R. Coquillé, *Phil. Mag. A*, **65**, 195 (1992).
- [18] C. G. Tuppen, C. J. Gibbings, M. Hockly and S. G. Roberts, *Appl. Phys. Lett.* **56**, 54 (1990).
- [19] J. Washburn and E. P. Kvam, *Appl. Phys. Lett.* **57**, 1637 (1990).
- [20] M. A. Capano, *Physical Review B* **45**, 11768 (1992).
- [21] W. Hagen, H. Strunk, *Appl. Phys. Lett.* **17**, 85 (1978).
- [22] F. K. LeGoues, B. S. Meyerson, J. F. Morar and P. D. Kirchner, *J. Appl. Phys.* **71**, 4230 (1992).



- [23] F. K. LeGoues, K. Eberl and S. S. Iyer, *Appl. Phys. Lett.* **60**, 2862 (1992).
- [24] A. Lefebvre, C. Herbeaux and J. Di Persio, *Phil. Mag. A* **63**, 471 (1991)
- [25] S.K. Choï, M. Mihara and T. Ninomiya, *Jap. J. Appl. Phys.* **16**, 737 (1977).
- [26] A. Lefebvre, P. François and J. Di Persio, *J. Phys. Lett.* **46**, 1023 (1985)
- [27] T. Ninomiya, *J. Phys. Colloque C6*, **40**, 143 (1979).
- [28] Y. Androussi, G. Vanderschaeve et A. Lefebvre, *Phil. Mag. A* **59**, 1189 (1989).
- [29] J. Rabier and P. Boivin, *Phil. Mag. A* **61**, 673 (1990).
- [30] B. Escaig, *J. Phys., Paris*, **29**, 225 (1968).



CHAPITRE V

STRUCTURES METAMORPHIQUES



CHAPITRE V

STRUCTURES METAMORPHIQUES

V. 1. Introduction

V. 1. 1. Couche métamorphique $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$: définitions et applications

V. 1. 2. Principe de réalisation d'une couche métamorphique $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$

V. 2. Caractéristiques des structures étudiées

V. 2. 1. Structures tampon "marche + superréseau ou rampe étroite"

V. 2. 2. Structures tampon de type "rampe graduelle épaisse"

V. 3. Résultats

V. 3. 1. Dislocations émergentes

V. 3. 2. Relaxation

V. 4. Discussion

V. 4. 1. Dislocations émergentes

V. 4. 2. Relaxation



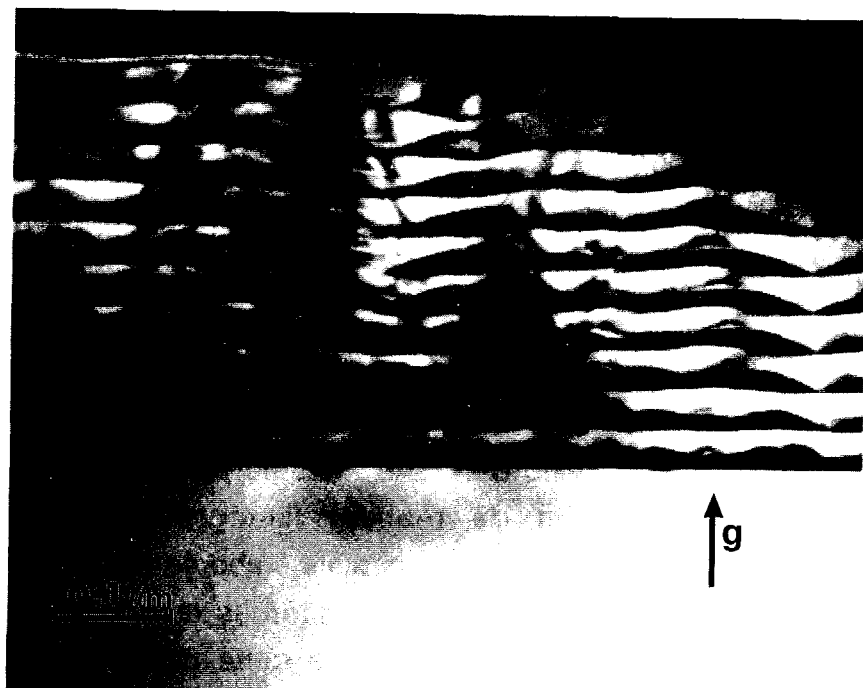
V.1. INTRODUCTION

V.1.1. Couche métamorphique $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$: définition et applications

Une couche épitaxiée sur un substrat désadapté en paramètre de maille est dite métamorphique si elle ne présente pas de contrainte, c'est à dire si son paramètre de maille est égal à celui du matériau massif.

Ce type de couche n'est utilisable en micro- ou opto-électronique qu'à la condition de ne pas présenter trop de défauts, et en particulier des dislocations émergentes. Par exemple, l'épitaxie de GaAs métamorphique sur un substrat de silicium a été développée afin de réaliser l'intégration de composants optoélectroniques (fabriqués sur GaAs) aux circuits élaborés sur silicium (voir par exemple [1]). Pour l'instant la réduction de densité des dislocations émergentes ($10^6/\text{cm}^2$) n'est pas encore suffisante pour que cette couche métamorphique puisse être utilisée dans l'industrie des semi-conducteurs.

Dans notre cas, l'épitaxie d'une couche métamorphique $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$ sur un substrat de GaAs a pour but d'obtenir un nouveau substrat pour transistor à très haute mobilité (HEMT) à partir de l'hétérojonction GaInAs/AlInAs non contrainte (avec un taux d'indium voisin de 30% dans les deux alliages) [2]. En effet, les premiers transistors à hétérojonction sur substrat III-V utilisaient des matériaux adaptés en paramètre de maille tels que $\text{Ga}_{0,47}\text{In}_{0,53}\text{As}$ sur InP ou GaAlAs pratiquement adapté à GaAs quelque soit la composition en aluminium; la conduction étant assurée par la présence d'un gaz bidimensionnel électronique à l'interface. Le choix réduit des largeurs de bandes interdites accessibles a favorisé dans un premier temps, le développement des couches pseudomorphiques; on a alors réalisé des transistors à hétérojonction GaAlAs/GaInAs pseudomorphique sur substrat de GaAs [3]. Dans ce cas, la conduction a lieu dans la couche GaInAs (matériau qui possède la plus petite bande interdite et qui présente une mobilité électronique accrue par rapport à GaAs). Cependant, les possibilités d'amélioration de ce type de transistor se sont vite révélées limitées par les épaisseurs des couches pseudomorphiques, afin d'éviter la création de dislocations de désadaptation de réseau dégradant les caractéristiques du transistor [4] . De plus les contraintes présentes dans l'alliage GaInAs affectent fortement ses propriétés de transport électronique [5]. L'idée est alors de réaliser un transistor à hétérojonction non contrainte sur substrat de GaAs; le choix de l'hétérojonction GaInAs/AlInAs dont les compositions d'indium et d'aluminium sont choisies proches de 30% repose sur l'obtention d'une très grande différence de bande interdite et donc une très grande mobilité [2].



a



b

Figure V.1: Epitaxie directe d'un superréseau $10 \times (\text{Ga}_{0,85}\text{In}_{0,25}\text{As} / \text{GaAs})$ sur un substrat de GaAs à 520°C .

a - champ noir $g = 002$, rangée systématique. Noter l'ondulation des interfaces caractéristique d'une croissance 3D.

b - faisceau faible, $g = 220$. Dislocations émergentes dans le superréseau.

V. 1. 2. Principe de réalisation d'une couche métamorphique Ga_{0,7}In_{0,3}As.

On cherche à épitaxier une couche fortement désadaptée que l'on veut exempte de contrainte et de défauts. Le premier problème rencontré concerne le mode de croissance du matériau Ga_{0,7}In_{0,3}As.

L'épitaxie des matériaux moyennement désadaptés en paramètre de maille ($\frac{\Delta a}{a} < 2\%$) se fait plan atomique par plan atomique (croissance 2D). Par contre au delà d'une désadaptation de 2%, la croissance en îlots (croissance 3D) est favorisée [6]. La figure V.1 illustre la croissance en îlots des couches Ga_{0,75}In_{0,25}As du superréseau GaInAs/GaAs; ce mode de croissance est associé à la présence dans la couche épitaxiée de dislocations émergentes en forte densité, ce qui rend la couche inutilisable. Il est donc important de favoriser un mode de croissance 2D.

La croissance épitaxiale du ternaire Ga_{1-x}In_xAs a été étudiée en fonction du taux d'indium x et de la température de croissance par Marti Ceschin et Massies [7]. Cette étude conduit au résultat suivant:

- * pour un taux d'indium $x < 0,2$, la croissance se fait toujours en mode 2D,
- * pour $x > 0,4$ la croissance au delà de l'épaisseur critique se fait toujours en mode 3D,
- * pour les compositions intermédiaires ($0,2 < x < 0,4$), il existe une transition 2D-3D du mode de croissance; on définit alors une épaisseur critique de formation d'îlots. Cette épaisseur est fonction de la température d'épitaxie; la croissance 3D peut être retardée si on diminue la température, mais le gain d'épaisseur avant la nucléation d'îlots n'est que de quelques monocouches.

Les couches métamorphiques que nous avons étudiées, ont été épitaxiées à basse température, c'est à dire entre 350 et 400°C. Pour réaliser une couche métamorphique, il faut pouvoir relaxer les contraintes de désadaptation, c'est à dire réaliser des épaisseurs très supérieures à l'épaisseur critique, ce qui conduit de nouveau à la nucléation d'îlots. Il s'avère donc impossible d'épitaxier une couche de Ga_{0,7}In_{0,3}As épaisse, à la fois relaxée et exempte de dislocations émergentes directement sur un substrat de GaAs. L'idée est alors de confiner les dislocations responsables de la relaxation de contrainte dans une structure tampon intercalée entre le substrat et la couche métamorphique (figure V. 2). Différents types de structures tampon ont été envisagés:

- * Le premier type de structure est constitué d'une rampe graduelle (figure V.3.a) ; son efficacité a été montrée dans le cas du système SiGe/Si [8, 9],

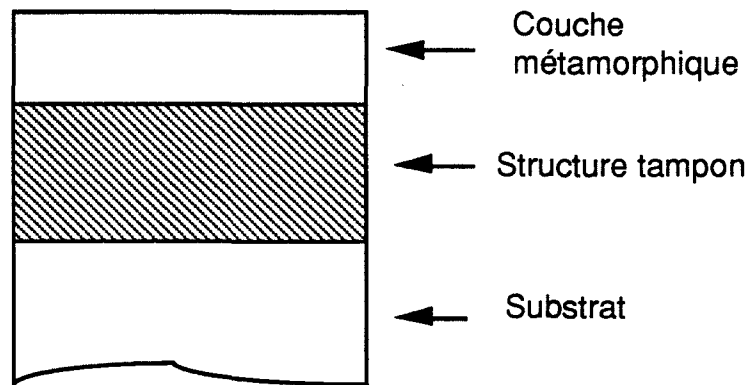


Figure V.2: Schéma de principe de réalisation d'une couche métamorphique.

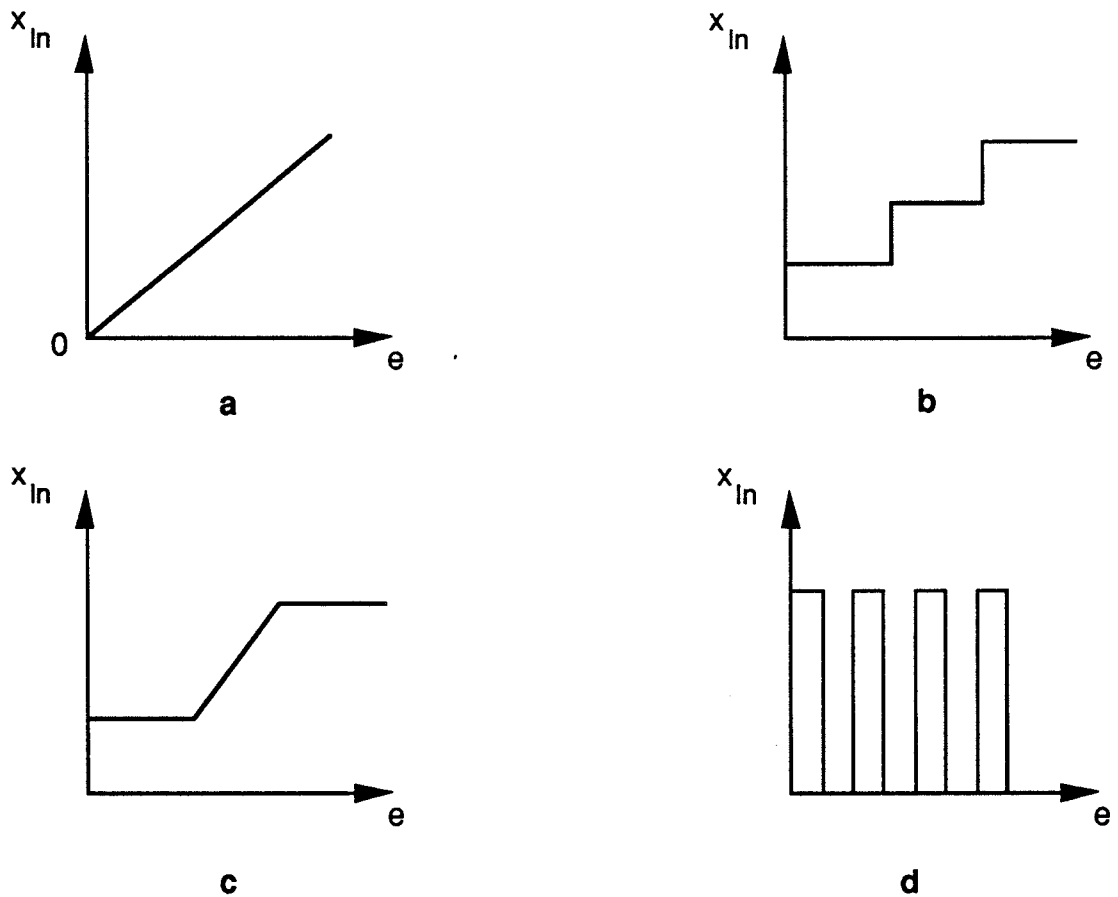


Figure V.3: Schémas de principe de réalisation des différents types de structures tampon. X_{In} : teneur en indium. e : épaisseur de la structure tampon

* Le second type de structure fait appel à des marches de croissance: la structure tampon est constituée de plusieurs couches épaisses (de quelques centaines de nm) dont le paramètre de maille augmente d'une couche à l'autre

(figure V.3.b). Ce type de structure a été utilisé dans le cas du système GaInAs/GaAs, pour la réalisation d'une hétérostructure relaxée $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}/\text{Al}_{0,71}\text{In}_{0,29}\text{As}$ [10],

* Une troisième possibilité est de coupler la rampe graduelle avec les marches de croissance (figure V.3.c),

* Enfin, toutes les structures précédentes peuvent être associées à des superréseaux (figure V.3.d), qui jouent ici un rôle de filtre pour les dislocations émergentes [11, 12].

Notre étude portera sur deux types de structures tampon; l'une constituée d'une rampe graduelle épaisse (figure V.3.a) et l'autre d'un ensemble "marche + superréseau" ou "marche + rampe graduelle étroite" (figure V.3.c).

V. 2. CARACTERISTIQUES DES STRUCTURES ETUDIEES

V. 2. 1. Structures tampon "marche + superréseau ou rampe étroite".

Ces structures ont été réalisées au Centre "Hyperfréquences et Semiconducteurs" de Villeneuve d'Ascq.

La première structure (notée M_1 sur la figure V. 4) est constituée d'une marche de croissance associée à un superréseau $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$ (20nm)/GaAs (1nm), ayant le même paramètre moyen que celui de la couche supérieure $\text{Ga}_{0,73}\text{In}_{0,27}\text{As}$. Ce superréseau a pour rôle de filtrer les dislocations émergentes créées lors de la relaxation de la couche $\text{Ga}_{0,85}\text{In}_{0,15}\text{As}$.

Trois échantillons (M_2 , M_3 et M_4) possédant une même structure tampon "marche + rampe étroite", ont ensuite été étudiés; cette structure tampon est constituée d'une couche de $\text{Ga}_{0,85}\text{In}_{0,15}\text{As}$ d'épaisseur 450nm et d'une rampe graduelle étroite de GaInAs dont le taux d'indium varie linéairement entre 15% et 27% sur une épaisseur de 100nm . Les deux dernières structures schématisées figure V.4.c (M_3) et V.4.d (M_4) sont des structures dites "composants" présentant l'hétérojonction GaInAs/AlInAs nécessaire à la réalisation du transistor haute mobilité [2].

V. 2. 2. Structures tampon de type "rampe graduelle épaisse".

Ces structures ont été réalisées au L. C. R. Thomson, à Orsay.

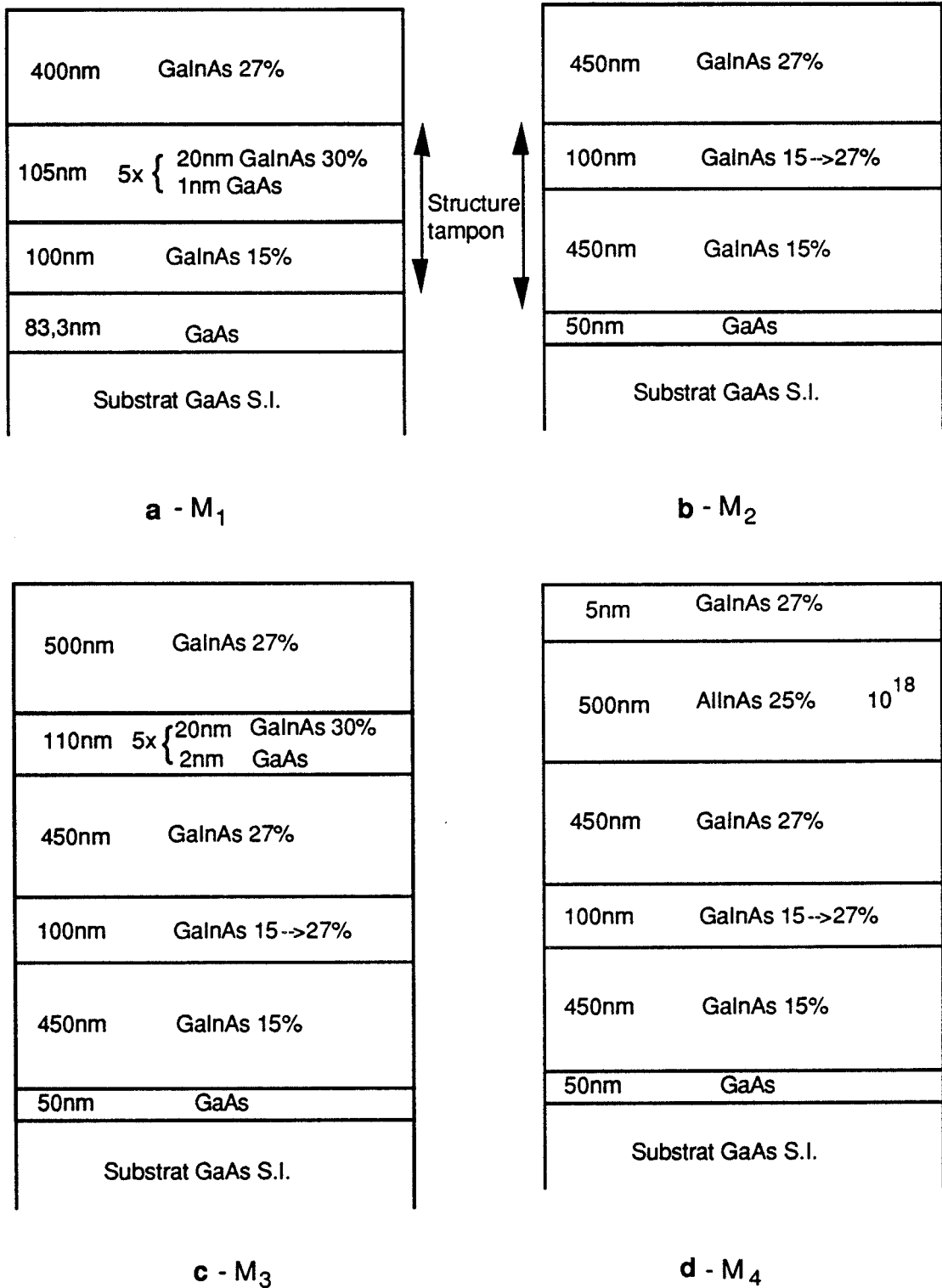


Figure V. 4: Structures métamorphiques avec une structure tampon:

a - marche + superréseau

b et d - marche + rampe étroite

c - combinaison des deux précédentes.

Deux échantillons notés G_1 et G_2 ont été étudiés; dans les deux cas, la structure tampon est constituée d'une couche de GaInAs d'épaisseur $1\mu\text{m}$ et dont le taux d'indium varie linéairement de 10% à 30% (figure V.5). La différence essentielle entre ces deux échantillons vient de l'épaisseur de la couche de AlInAs au dessus de la structure tampon.

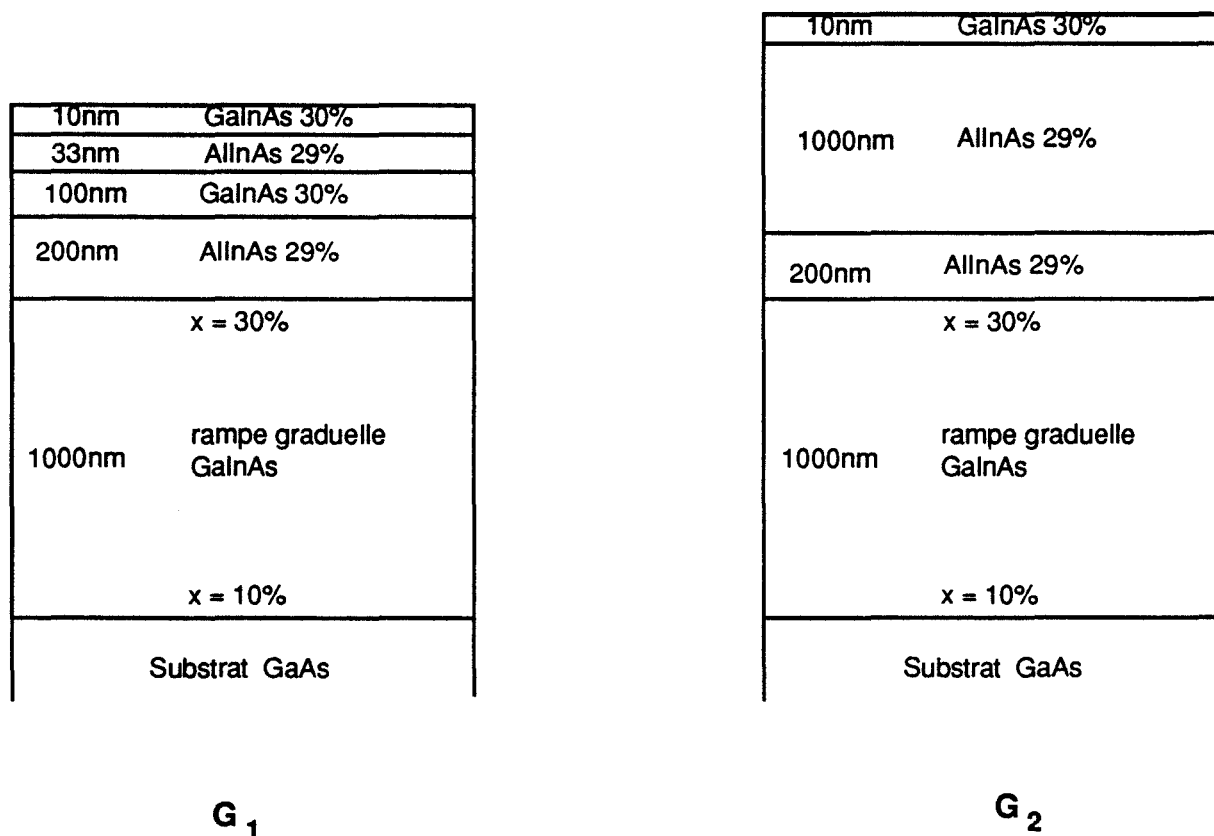


Figure V. 5.: Structures métamorphiques avec une structure tampon de type rampe graduelle épaisse.

V.3. RESULTATS

La couche métamorphique $\text{Ga}_{0,7}\text{In}_{0,3}\text{As}$ devant servir de substrat pour la croissance de l'hétérojonction GaInAs/AlInAs (dont les taux d'indium avoisinent 30%), il faut que cette couche possède les deux propriétés suivantes:

- * elle doit contenir très peu de dislocations émergentes (en densité de l'ordre de 10^4 cm^{-2} , ce qui correspond à la densité de dislocations de croissance d'un bon substrat GaAs) car ces dislocations se répliqueraient dans l'hétérojonction.

* elle doit présenter un taux de relaxation aussi grand que possible afin d'éviter la formation de dislocations de désadaptation de réseau à l'interface entre la couche métamorphique et l'hétérojonction.

Nous allons maintenant étudier ces deux points séparément.

V. 3. 1. Dislocations émergentes

V. 3. 1. α . Observations en MET.

Tous les échantillons ont été observés en vue sur la tranche suivant les deux directions $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$. Afin de comparer les couches entre elles, nous définissons une densité de dislocations émergentes par $\rho = \frac{1}{d^2}$ (en cm^{-2}), où d représente l'espacement moyen entre les dislocations émergentes.

La structure M_1 (figure V. 6) présente la densité de dislocations émergentes la plus élevée de toutes les structures étudiées, soit $4 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$. L'analyse de ces dislocations émergentes se fait de façon classique par recherche des extinctions (contrairement au cas des dislocations de désadaptation de réseau).

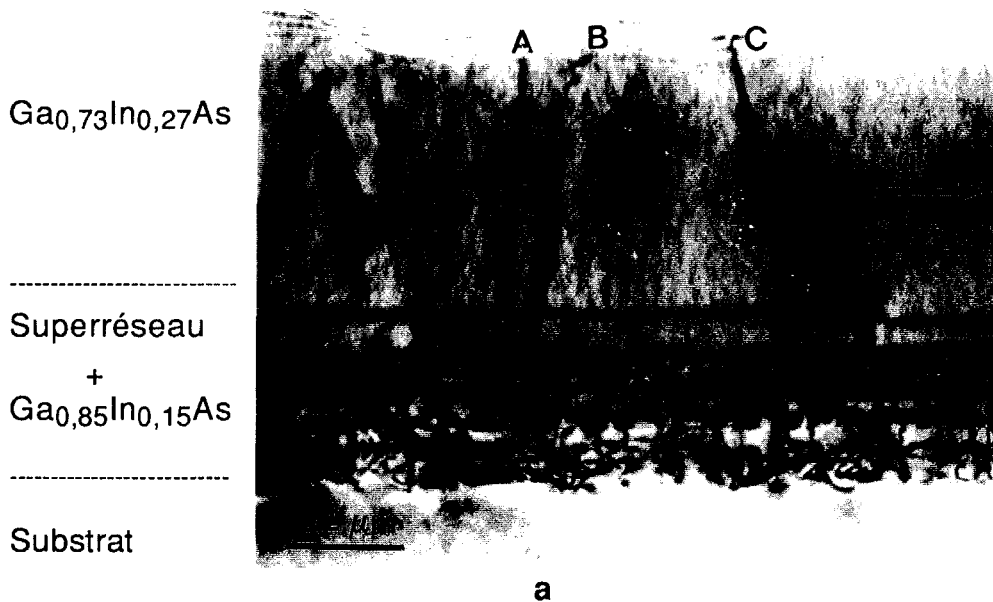


Figure V.6: Structure métamorphique M_1 , champs clairs

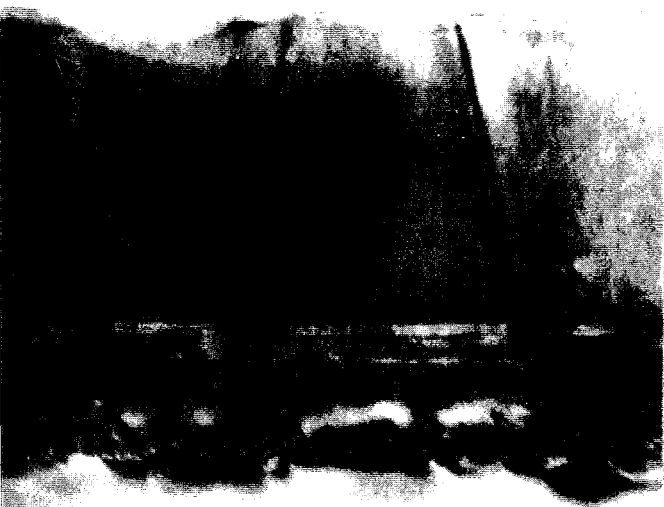
a - $g = 220$, les interfaces sont inclinées. Trois dislocations émergentes A, B et C sont visibles.

b - $g = \bar{1}\bar{1}1$, les dislocations A et B présentent un contraste résiduel

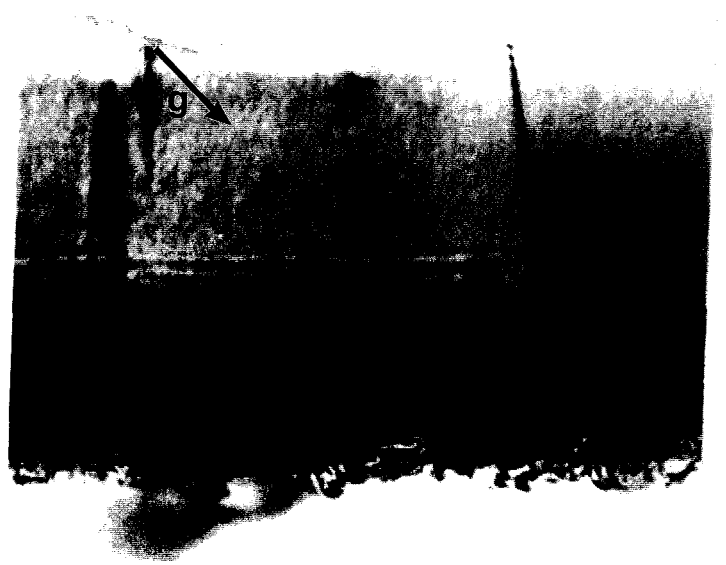
c - $g = 20\bar{2}$, les dislocations A et B sont éteintes

d - $g = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$, la dislocation C présente un contraste résiduel

e - $g = 0\bar{2}\bar{2}$, la dislocation C est éteinte.



b



c



d



e

A titre d'exemple, les trois dislocations émergentes A, B et C de la figure V. 6 ont été analysées à l'aide des vecteurs de diffraction de type $\langle 111 \rangle$ ou $\langle 202 \rangle$. Les dislocations A et B sont éteintes avec $[\bar{1}\bar{1}1]$ et $[20\bar{2}]$; leur vecteur de Burgers est donc $1/2[101]$. Leur ligne est contenue dans le plan $(1\bar{1}\bar{1})$. La dislocation C est éteinte pour les vecteurs de diffraction $[\bar{1}\bar{1}1]$ et $[0\bar{2}\bar{2}]$; son vecteur de Burgers est donc $1/2[01\bar{1}]$.



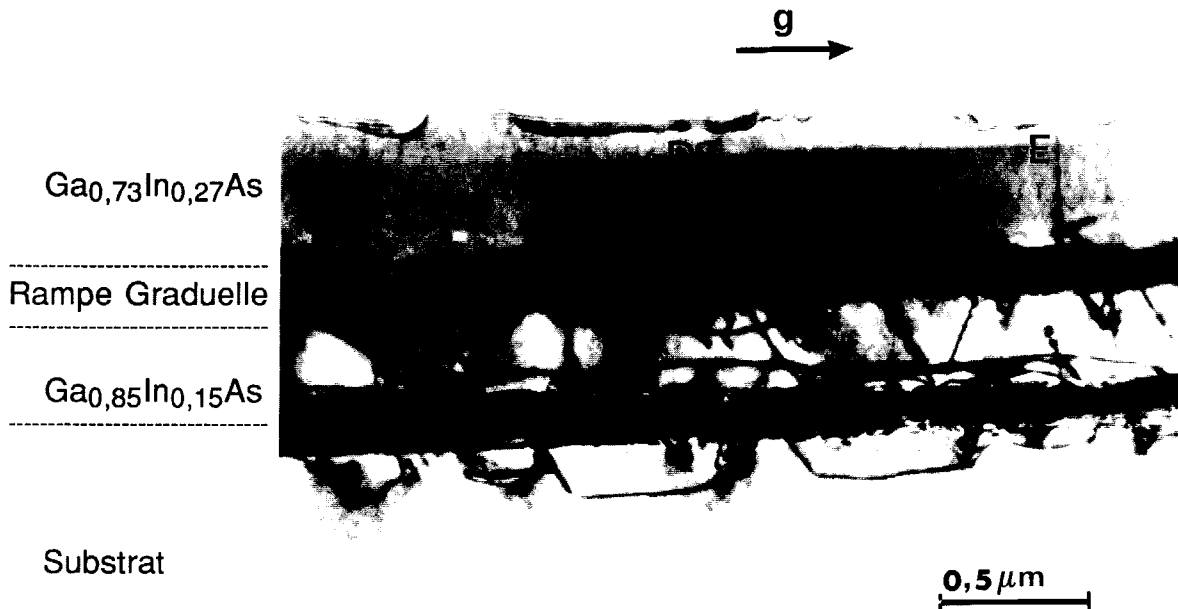


Figure V. 7 : Structure métamorphique M_2 , champ clair $g = 220$.

Les interfaces sont inclinées

La majorité des dislocations analysées se sont révélées être glissiles avec des vecteurs de Burgers à 45° du plan de croissance. Cependant nous avons également trouvé quelques dislocations qui ne correspondent pas à ce cas. Par exemple, la dislocation D de la figure V. 7 observée dans la couche M_2 , de densité $\rho = 10^7 \text{ cm}^{-2}$, ne s'éteint pas avec les vecteurs $[\bar{2}\bar{2}0]$, $[\bar{2}02]$, $[022]$, $[11\bar{1}]$ et $[111]$; de sorte que le seul vecteur possible de type $1/2 \{110\}$ est le vecteur $\pm [110]$ du plan de croissance. De plus la ligne de la dislocation D est proche de $[001]$. Il s'agit donc d'une dislocation coin sessile. Ce type de dislocation coin a été observée dans le système InGaAs/InP [13, 14]. Ces dislocations apparaissent systématiquement en groupes et leur formation est corrélée à la présence, à l'interface, de précipités riches en indium. Ces dislocations apparaissent donc dès le début de la croissance. Plus récemment, ce type de groupement de dislocations a été également observé dans le système $\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{As}/\text{GaAs}$ [15].

Dans notre cas, les dislocations coin sont isolées. Fitzgerald [16] a indiqué que les dislocations émergentes possédant un vecteur de Burgers parallèle au plan de croissance pouvaient se former par réaction de deux dislocations émergentes glissant dans des plans sécants et de vecteurs adéquats. La figure V. 8 illustre par exemple, la formation d'une dislocation émergente de vecteur de

Burgers $1/2[\bar{1}10]$ à partir d'une dislocation de vecteur de Burgers $\mathbf{b}_2 = 1/2[011]$ glissant dans le plan $(1\bar{1}1)$ et d'une dislocation de vecteur de Burgers $-\mathbf{b}_3 = 1/2[\bar{1}0\bar{1}]$ glissant dans le plan $(\bar{1}\bar{1}1)$: la réaction conduit à une jonction parallèle à $[011]$, intersection des plans de glissement précédents. La ligne de dislocation observée étant proche de $[001]$, le mécanisme proposé par Fitzgerald n'est pas adapté.

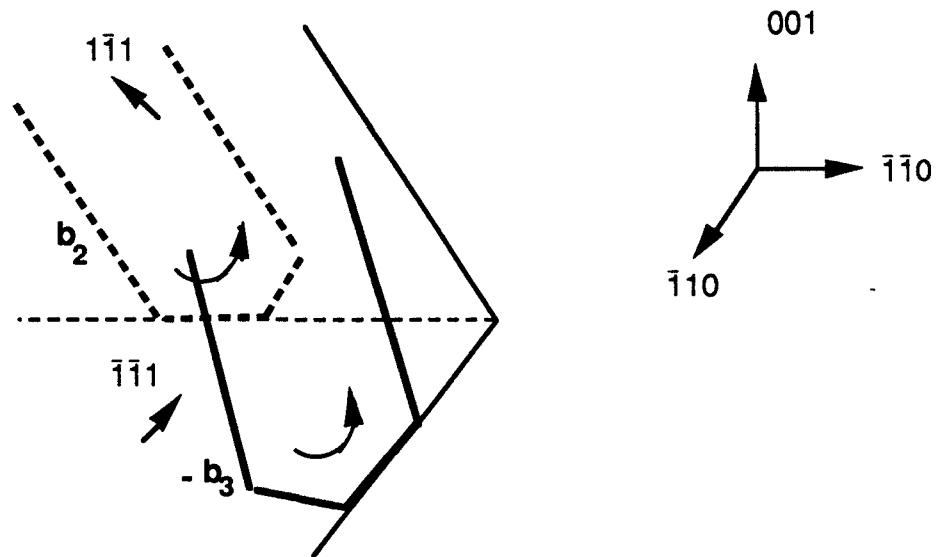


Figure V. 8: Formation d'une dislocation coin par interaction de deux dislocations émergentes glissiles.

Les couches métamorphiques réalisées sur une couche graduelle épaisse, c'est à dire les structures G_1 et G_2 ne présentent aucune dislocation émergente à l'échelle de la MET (figure V.9). Ces échantillons ont donc une densité de dislocations émergentes ρ inférieure à $2,5 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$.

V. 3. 1. β . Blocage de dislocations émergentes

Nous avons étudié au chapitre III les deux grands types de mécanismes de nucléation des dislocations de désadaptation de réseau (DDR) : répliques et sources de surface. On observe dans les deux cas des dislocations émergentes dans la couche épitaxiée. Dans le cas d'une source de surface par exemple, l'allongement de la DDR se fait par glissement des deux dislocations latérales émergentes (figure V.10). Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, les dislocations émergentes sont pour la plupart glissiles et leur observation dans nos échantillons implique donc que leur glissement y a été bloqué avant qu'elles ne

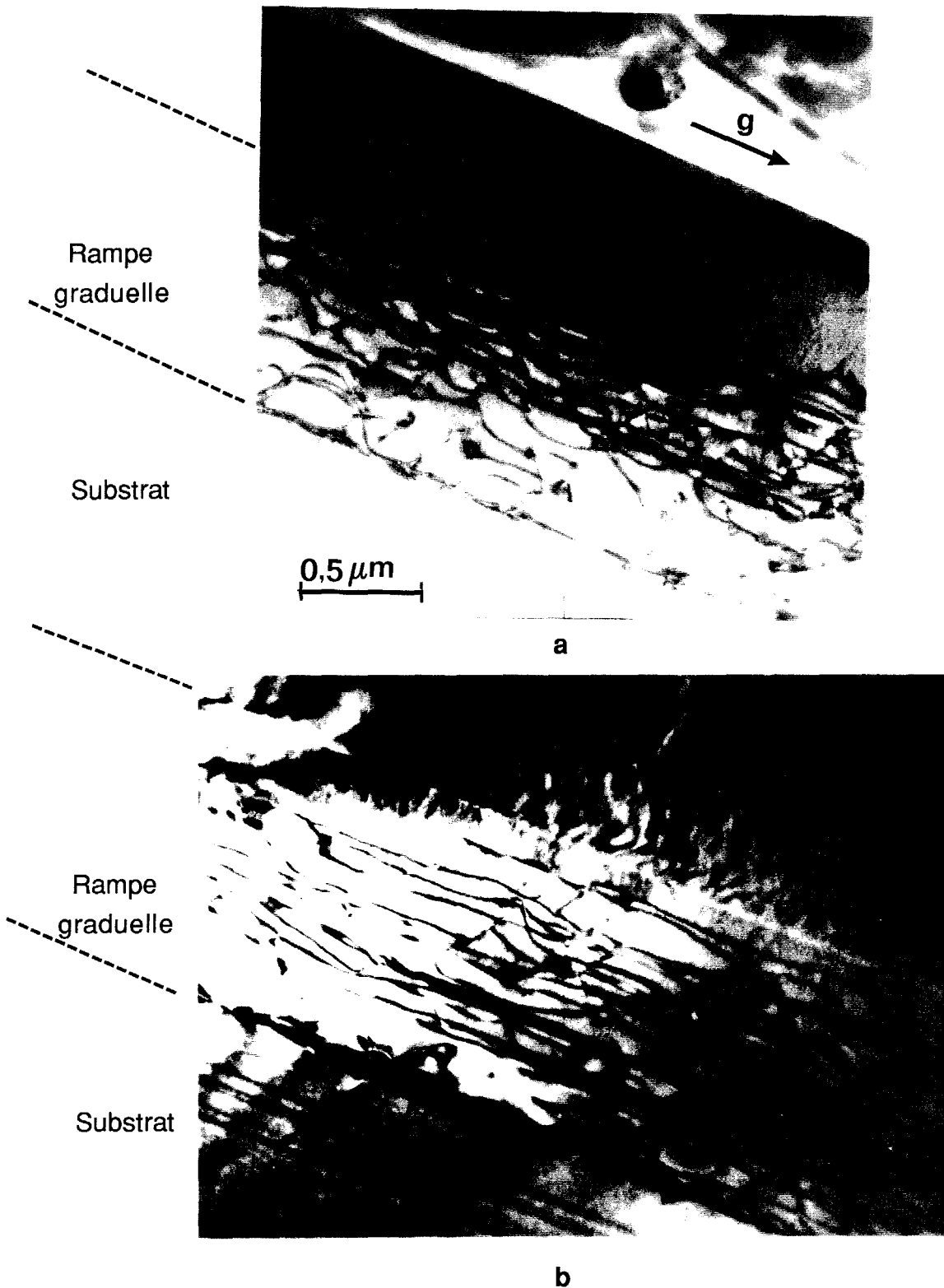


Figure V. 9: Structures métamorphiques dont la couche tampon est une rampe graduelle épaisse

a - structure G_1 , champ clair $g = 220$.

b - structure G_2 , champ clair $g = 220$

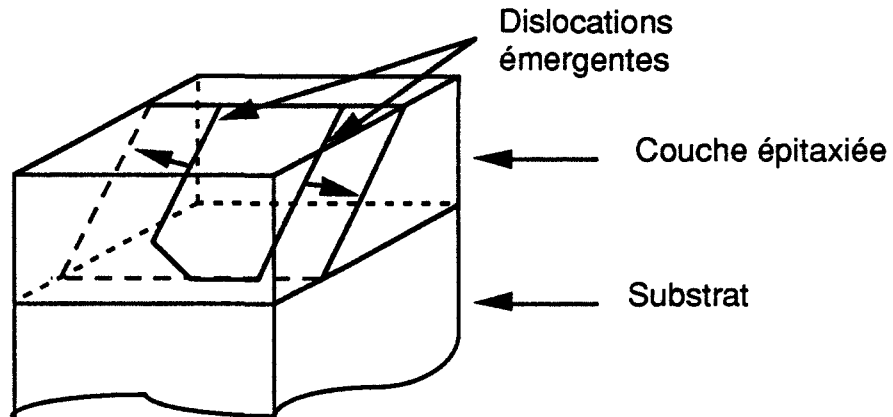


Figure V. 10: Allongement d'une DDR par glissement des dislocations latérales émergentes.

sortent par les bords de la couche épitaxiée. Ce blocage peut être dû à des interactions avec d'autres dislocations. Ces interactions sont de deux types:

* Interaction entre dislocations émergentes glissant sur des plans sécants [16]. Cette interaction peut être attractive, comme pour la formation des dislocations de vecteurs de Burgers parallèle au plan d'interface examinée au paragraphe précédent. Dans ce cas, on réduit de moitié la densité des dislocations émergentes. Cependant la dislocation ainsi formée ne permet pas de réduire la contrainte et reste donc immobile dans la couche.

Si on considère maintenant le cas de deux dislocations de vecteurs de Burgers identiques glissant l'une vers l'autre sur des plans {111} sécants et faisant entre eux un angle aigu, l'interaction est répulsive. Cette répulsion gêne et peut même empêcher le glissement de ces dislocations, laissant cette fois-ci deux dislocations émergentes dans la couche métamorphique.

Afin de diminuer ces interactions, Fitzgerald et al. [17] ont proposé de réduire la surface du substrat épitaxié, ce qui rend plus probable la sortie des segments émergents par les bords avant la rencontre avec un autre segment émergent.

* Interaction entre dislocations émergentes et dislocations de désadaptation de réseau.

Ce cas a été étudié par Freund [18] (chapitre III). La figure V.11 en constitue une illustration dans le cas de la couche M_3 ($\rho = 10^8 \text{ cm}^{-2}$): deux dislocations de "misfit" (1) et (2), parallèles à la direction [110] ont interagi avec la dislocation émergente (3) dont le glissement dans la couche métamorphique a été ainsi bloqué.

L'épinglage du segment émergent, glissant dans une couche épaisse sous l'effet de la force due à la désadaptation n'est possible que si cette force est suffisamment faible pour ne pas vaincre la force d'interaction du segment de "misfit"; cela suppose une relaxation presque totale. Si on applique les résultats de l'analyse de Freund (figure III.26), étant donnée l'épaisseur $0,5 \mu\text{m}$ de la couche métamorphique, on en déduit que la contrainte locale ne peut être supérieure à 125 MPa, ce qui correspond à un taux de relaxation supérieure à 95%.

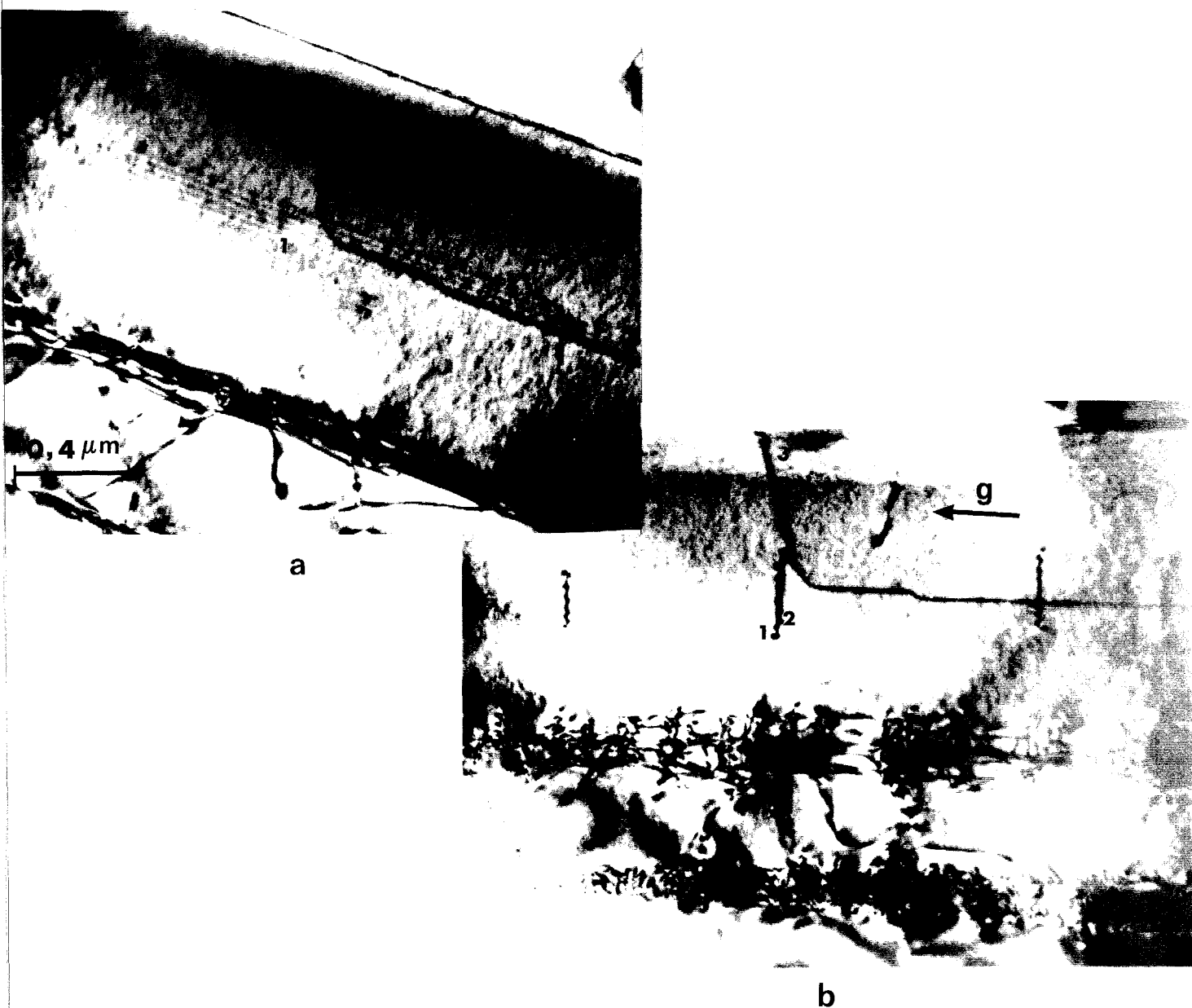


Figure V. 11: Interactions entre deux dislocations de désadaptation de réseau (notées 1 et 2) et une dislocation émergente (3).

a- champ clair, $g = 2\bar{2}0$. Le faisceau d'électrons est parallèle à la direction $[110]$.

b- champ clair, $g = 2\bar{2}0$. Le faisceau d'électrons est incliné de 38° par rapport à a.



V.3. 2. Relaxation

On peut avoir une idée de l'état de relaxation par une simple observation en microscopie optique en contraste interférentiel. Cette observation permet de révéler le "cross-hatch" (chapitre II). La présence du "cross-hatch" (voir par exemple la figure V. 12 représentant l'échantillon à rampe graduelle épaisse G_1) sur les couches épitaxiées est le signe d'une relaxation importante. Les six échantillons métamorphiques observés présentent un "cross-hatch" très marqué.

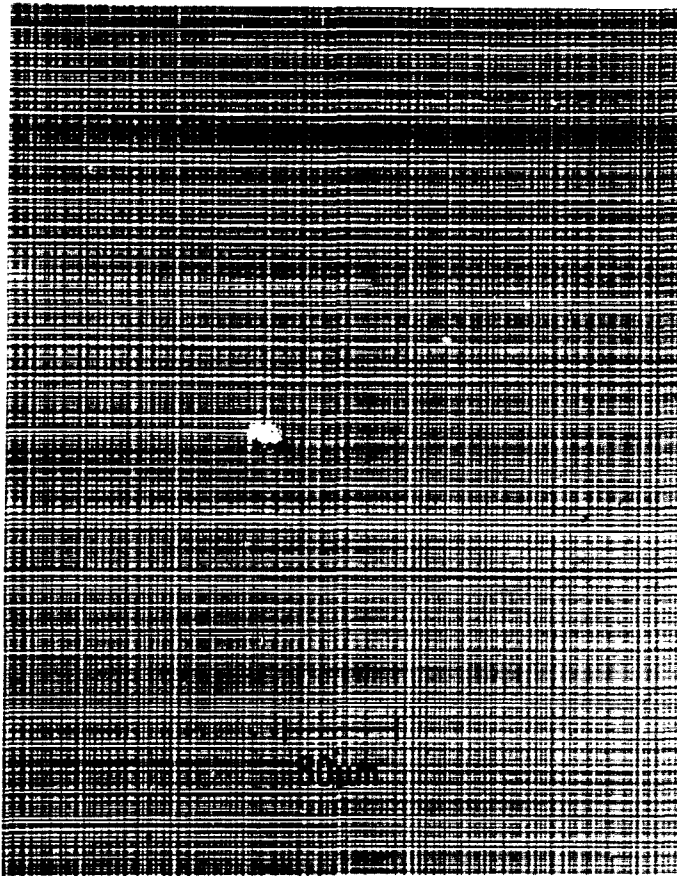
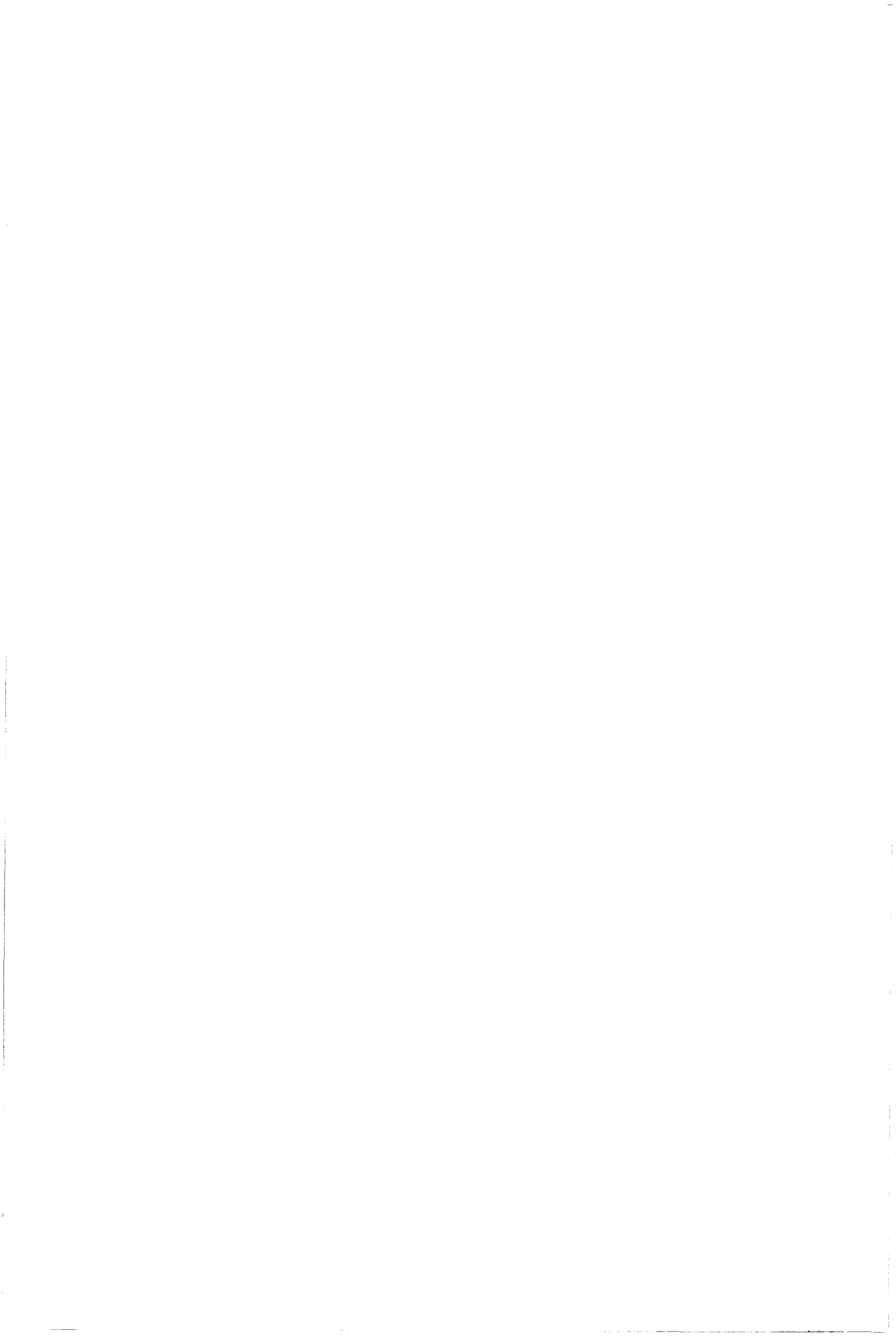


Figure V. 12: *Cross- hatch, micrographie optique de l'échantillon G_1 .*

V. 3. 2. α . Observations microscopiques.

V. 3. 2. α . 1. Structures tampon "marche + superréseau ou rampe graduelle étroite"

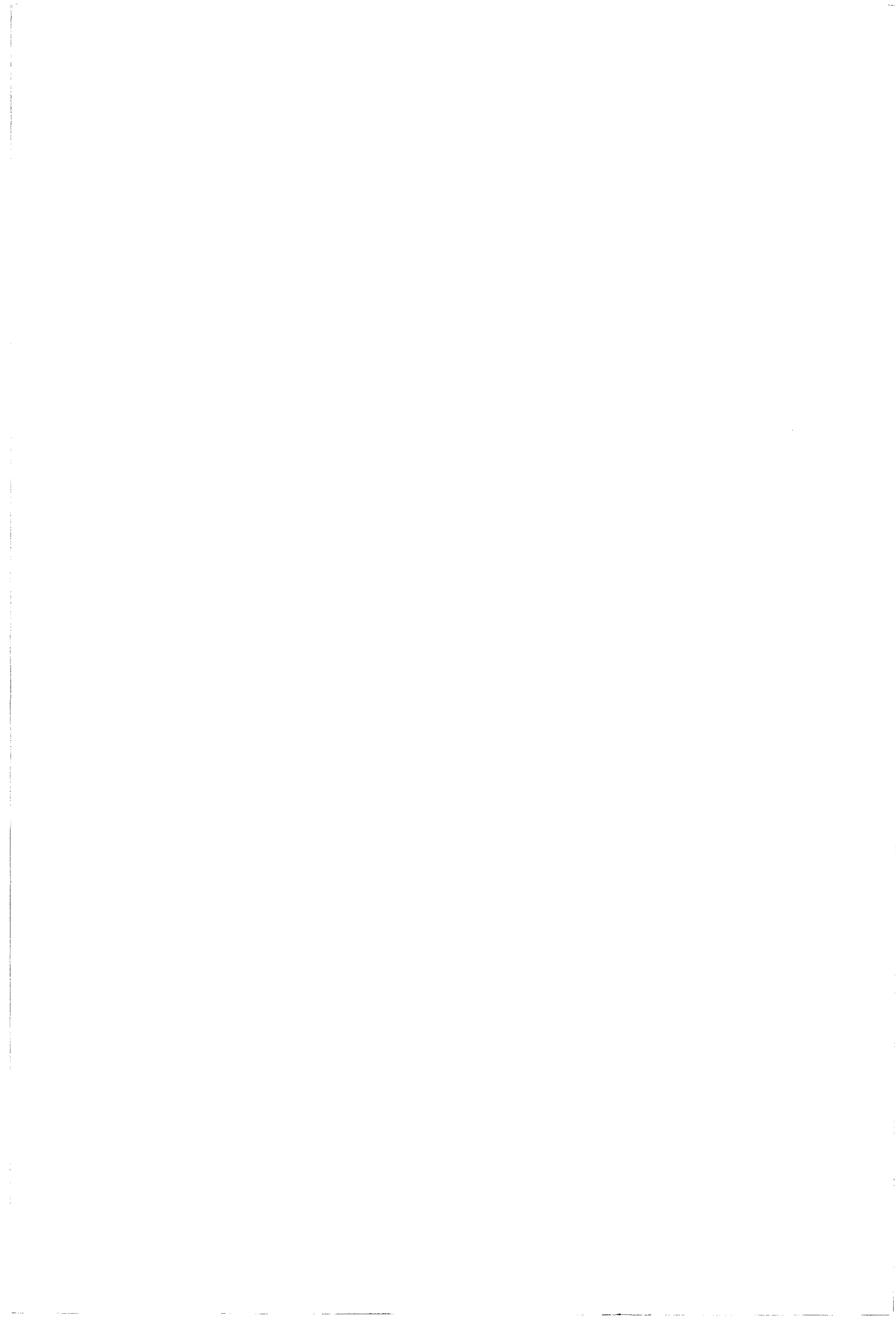


Dans le cas des couches de type M, la relaxation a lieu surtout à l'interface $\text{Ga}_{0,85}\text{In}_{0,15}\text{As}/\text{GaAs}$ ainsi que dans la rampe graduelle étroite (figure V.7). De plus, on observe des dislocations dans le substrat, soit sous forme de demi-boucles (figure V.7), soit sous forme d'empilements de dislocations dans les plans $\{111\}$ (figure V.13). Ce phénomène a été étudié au chapitre IV; il résulte de la multiplication des dislocations de "misfit" dans l'interface $\text{Ga}_{0,85}\text{In}_{0,15}\text{As} / \text{GaAs}$.



Figure V. 13: Structure M_2 ; champ clair $g = \bar{2}20$. Empilement ($\bar{1}11$) de dislocations de vecteur de Burgers $1/2[01\bar{1}]$

Cette interface a pu être également observée dans un échantillon aminci parallèlement au plan (001), la couche épitaxiée ayant été éliminée en grande partie par attaque chimique. La micrographie de la figure V.14 a été réalisée en champ faible ($g = \bar{2}20, 3g$). On y observe une grande densité de dislocations (l'espacement moyen entre dislocations est de l'ordre de 50nm). Les dislocations coin sont en grand nombre: environ une dislocation coin toutes les 6 ou 7



dislocations à 60° . Ceci est en accord avec le modèle proposé pour la formation des dislocations coin au chapitre IV: plus la densité de dislocations à 60° est élevée, plus la probabilité de rencontre de deux dislocations à 60° de vecteur adéquats est grande.

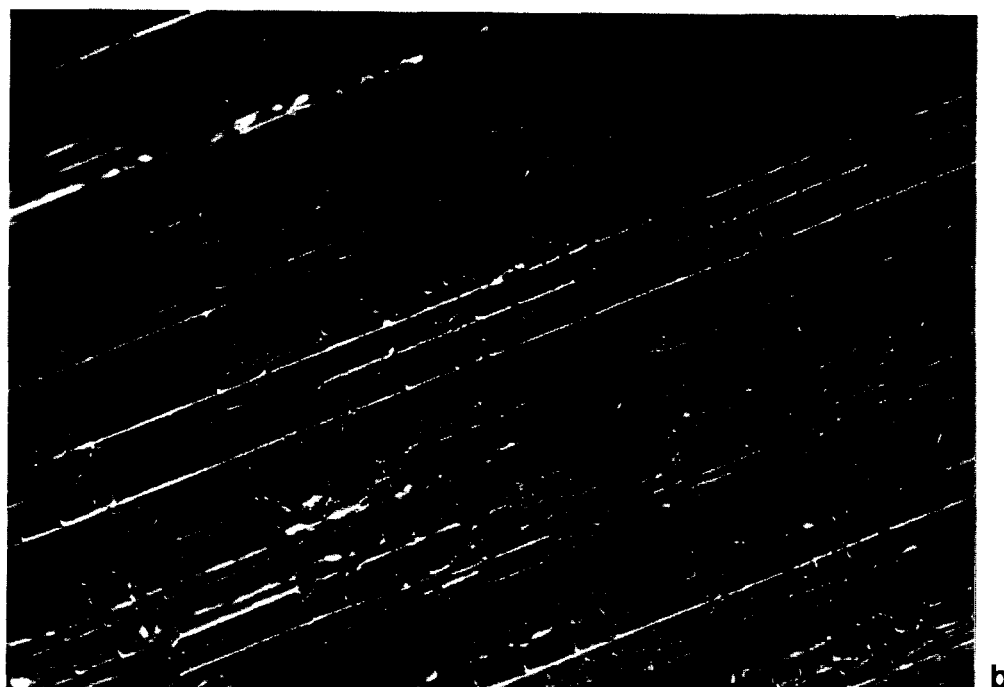
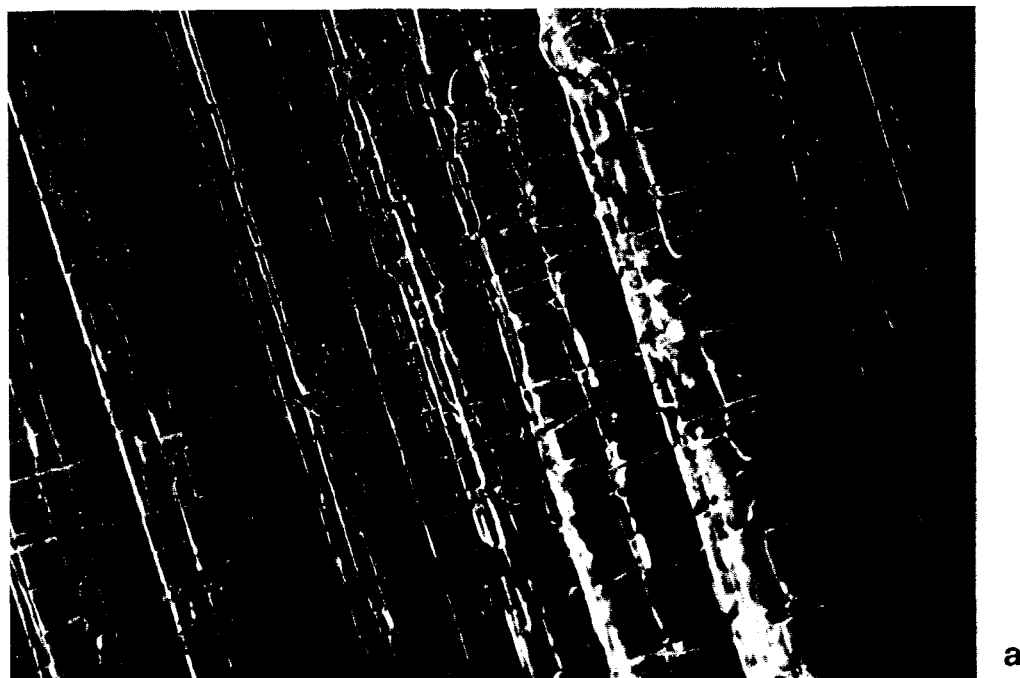


Figure V. 14: Couche M₃: Lamme amincie parallèlement à l'interface Ga_{0,85}In_{0,15}As/GaAs.

Les dislocations coin (fléchées) présentent un contraste plus fort.

a- Champ faible ($g = 220, 3g$).

b- Champ faible ($g = 2\bar{2}0, 3g$).

V. 3. 2. α . 2. Structure tampon à rampe graduelle épaisse.

Les micrographies des structures G_1 et G_2 montrent que les dislocations responsables de la relaxation plastique de la contrainte sont bien confinées dans la couche graduelle (figure V.9). La relaxation semble plus homogène dans la couche G_2 que dans la couche G_1 . La mesure des densités de dislocations correspondantes ne permet pas de réaliser une estimation sérieuse du taux de relaxation. Nous n'avons pas observé d'empilement de dislocations ou de demi-boucles dans le substrat contrairement à l'observation faite par Legoues et al. [9] sur le même type de structure tampon dans le système SiGe/Si.

V. 3. 2. β . Détermination du taux de relaxation par diffraction en faisceau convergent (CBED).

Le taux de relaxation R d'une couche épitaxiée de paramètre a_1 sur un substrat de paramètre a_0 est défini comme étant le rapport de l'écart relatif de paramètre mesuré entre la couche et le substrat, noté $(\frac{\Delta a}{a})_m$ et l'écart relatif de paramètre entre la couche parfaitement relaxée et le substrat $(\frac{\Delta a}{a})_R$,

$$\text{soit } R = \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_m / \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_R.$$

avec $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_m = \frac{a_m - a_0}{a_0}$, où a_m est le paramètre de couche mesuré dans le plan (001).

et $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_R = \frac{a_M - a_0}{a_0}$, où a_M est le paramètre du matériau massif correspondant à la couche.

La détermination de a_m est faite par CBED. Les clichés de CBED ont été obtenus à partir d'échantillons amincis sur la tranche de normale $\langle 110 \rangle$, selon l'axe de zone $[798\ 603\ 0]$. Les lignes HOLZ étant sensibles au paramètre de maille mais aussi à la tension accélératrice des électrons, il faut tout d'abord déterminer cette tension. Ceci peut se faire en utilisant le substrat GaAs, de paramètre connu. Le cliché obtenu sur le substrat est superposable à sa simulation pour une tension accélératrice de $300 \pm 0,5$ kV (figure V.15). Un cliché CBED est ensuite pris dans les mêmes conditions dans la couche métamorphique. La simulation permet alors la détermination du paramètre de la couche. Les mesures ont été réalisées sur les structures M1, M2, G1 et G2. Les résultats sont reportés dans le tableau V.1.

Echantillon	M ₁	M ₂	G ₁	G ₂
a _m (Å)	?	5,775 ± 0,005	?	5,770 ± 0,005
a _M (Å)	5,763	5,763	5,775	5,775
R (%)	?	?	?	94

Tableau V.1.: Mesure du paramètre a_m et du taux de relaxation par CBED.

Dans le cas des structures M₂ et G₂, les clichés expérimentaux sont nets (figure V.16 par exemple pour M₂) et superposables aux simulations effectuées avec une structure cubique, ce qui permet de déterminer les paramètres indiqués dans le tableau ci-dessus.

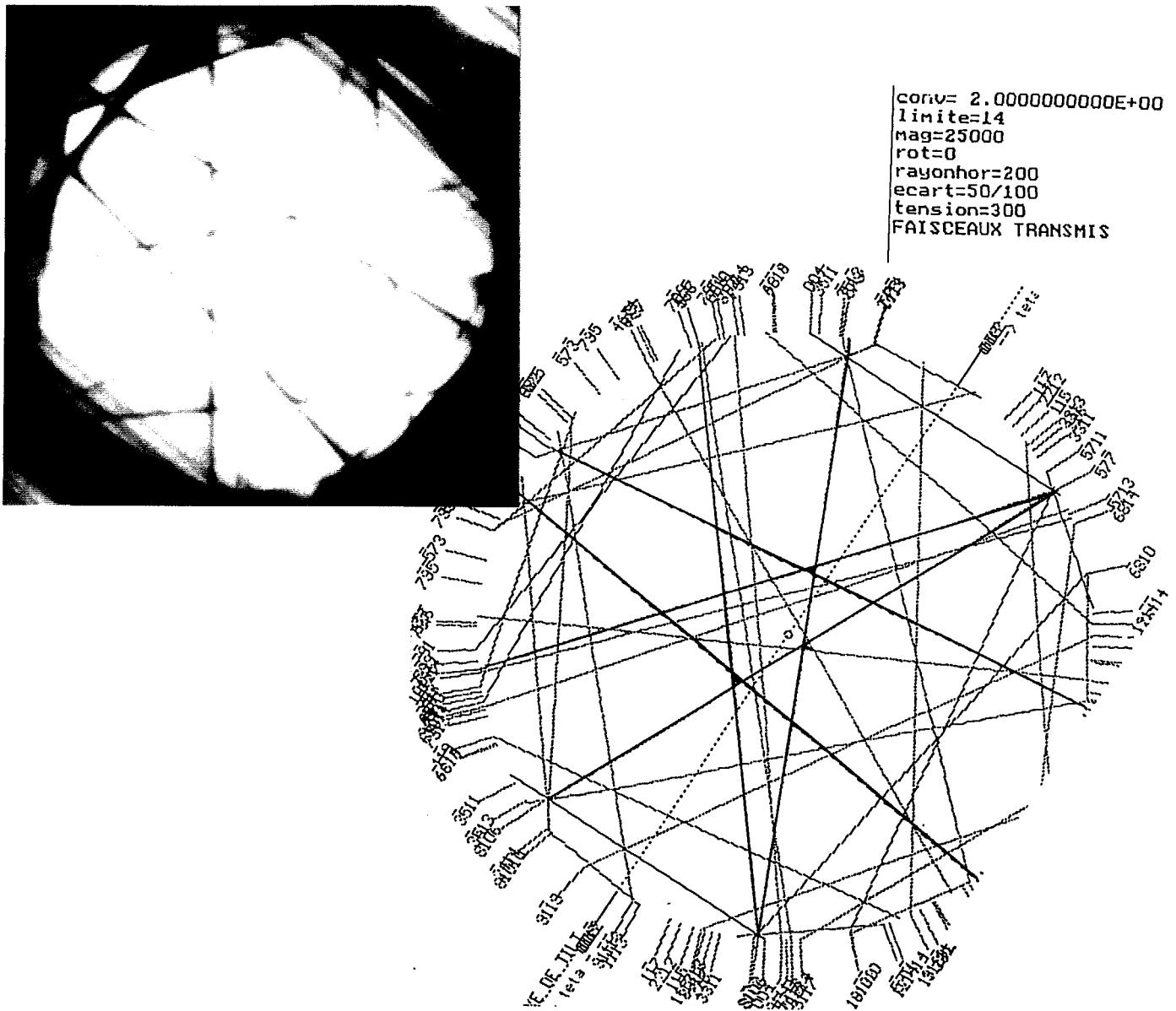


Figure V.15: Cliché CBED du substrat et simulation pour une tension accélératrice de 300 kV.





Figure V. 16: Cliché CBED de la couche métamorphique de la structure M_2

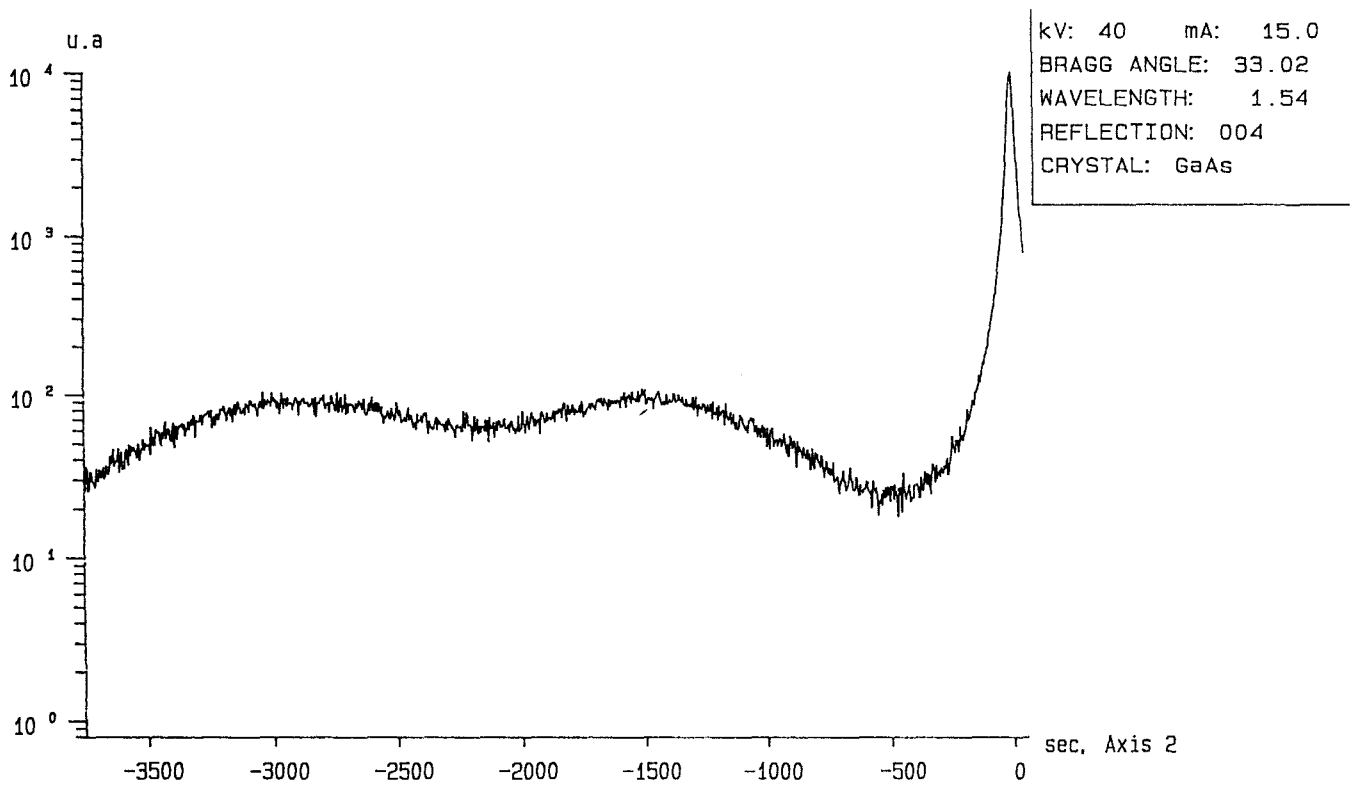
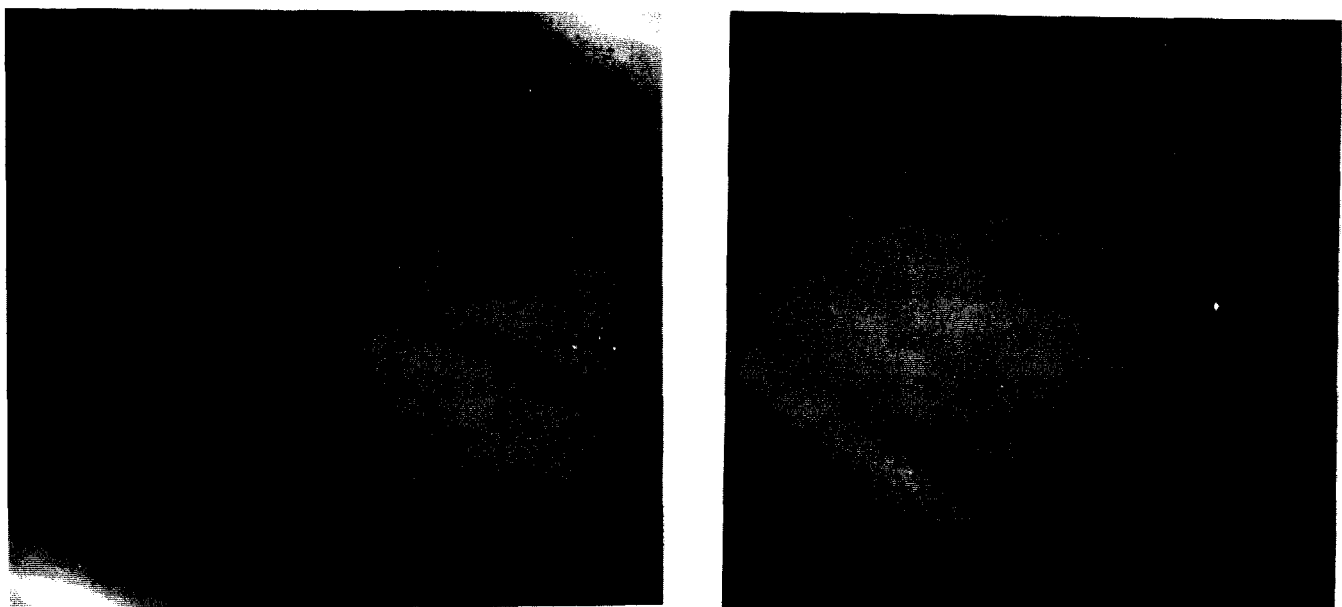


Figure V. 17: Spectre DDX de la structure M_2 , pour une réflexion (004).

Cependant, le paramètre mesuré pour M_2 est supérieur au paramètre attendu pour une couche complètement relaxée de composition $Ga_{0,73}In_{0,27}As$. Une estimation du paramètre peut également être faite par des techniques indirectes telles que la Double Diffraction X (DDX) et la photoluminescence. Avec cette dernière technique, le pic d'absorption obtenu correspond à celui d'une couche de $GaInAs$ dont le taux d'indium avoisine 30%. Quant à la DDX, la couche métamorphique ne donne pas un pic bien défini (voir par exemple la figure V.17 dans le cas d'une réflexion sur les plans (004)), de sorte qu'il est difficile d'estimer le paramètre cristallin de cette couche. Enfin, la détermination de la composition chimique peut être faite par microanalyse X quantitative; nous n'avons pas pour l'instant réussi à déterminer cette composition avec une précision suffisante.

Dans le cas de la structure M_1 , nous n'avons pas pu mesurer le paramètre. En effet, le cliché obtenu est flou (figure V.18.a); ceci est attribué à une inhomogénéité de paramètre dans le volume analysé [19]. De plus, il ne présente plus la symétrie miroir des simulations correspondant au cristal cubique.

Enfin, la structure G_1 présente un cliché encore plus flou et dissymétrique, aussi bien sur la position que sur l'intensité des lignes HOLZ (figure V.18.b); ce qui signifie probablement que la relaxation dans ce cas est encore plus hétérogène.



a

b

Figure V. 18: Clichés CBED

a- structure M_1 , la symétrie miroir a disparu

b-Structure G_1 les lignes sont dissymétriques en position et en intensité

V.4. DISCUSSION

Nous allons maintenant discuter de l'efficacité des deux types de structure tampon dans le système GaInAs / GaAs, à savoir la rampe graduelle épaisse et l'association "marche + rampe graduelle étroite", d'une part quant au confinement des dislocations émergentes, d'autre part quant à la relaxation. Une comparaison sera faite avec les résultats obtenus par LeGoues et al. dans le système SiGe / Si [8, 9].

V. 4. 1. Dislocations émergentes

Comme dans le cas du système SiGe / Si, la rampe graduelle épaisse dans le système GaInAs permet une importante réduction des dislocations émergentes (d'un rapport 40, dans notre cas), ceci pour deux raisons:

1. la rampe graduelle a pour effet d'augmenter la mobilité des dislocations. Considérons la nucléation d'une demi-boucle de surface pendant la croissance; dans le cas d'une rampe graduelle, la contrainte dans la couche augmentant au fur et à mesure que se déroule la croissance, il en résulte une augmentation de la mobilité des segments émergents de la demi-boucle et donc une sortie de plus en plus rapide de ces segments par les bords de l'échantillon. Ce résultat peut être également obtenu en diminuant la surface épitaxiée [17]

2. la rampe graduelle épaisse réduit l'interaction entre dislocations. Nous ne parlerons ici que de l'interaction prépondérante, c'est à dire entre dislocations émergentes et dislocations de "misfit" perpendiculaires (interaction de Freund [18]). Dans le cas d'une couche de composition constante, les dislocations viennent toutes relaxer la contrainte à la même interface, créant de nombreux points d'ancrage pour les dislocations émergentes. Cet ancrage peut être vaincu si la force agissant sur la dislocation, due à la désadaptation, est suffisante pour passer le point d'ancrage aux dépens d'une augmentation de longueur de la ligne de dislocation. Ceci est d'autant plus difficile dans le cas d'une couche de composition constante car l'introduction de dislocations de désadaptation réduit la contrainte macroscopique. Par contre dans le cas d'une rampe graduelle, comme nous l'avons vu au paragraphe V. 3. 2. α . 2, les dislocations se répartissent uniformément dans l'épaisseur de la rampe diminuant ainsi la densité des points

d'ancrage. De ce point de vue, l'efficacité de la rampe graduelle dépend du rapport entre la composition atteinte en fin de rampe et l'épaisseur de cette rampe, c'est à dire du gradient de composition.

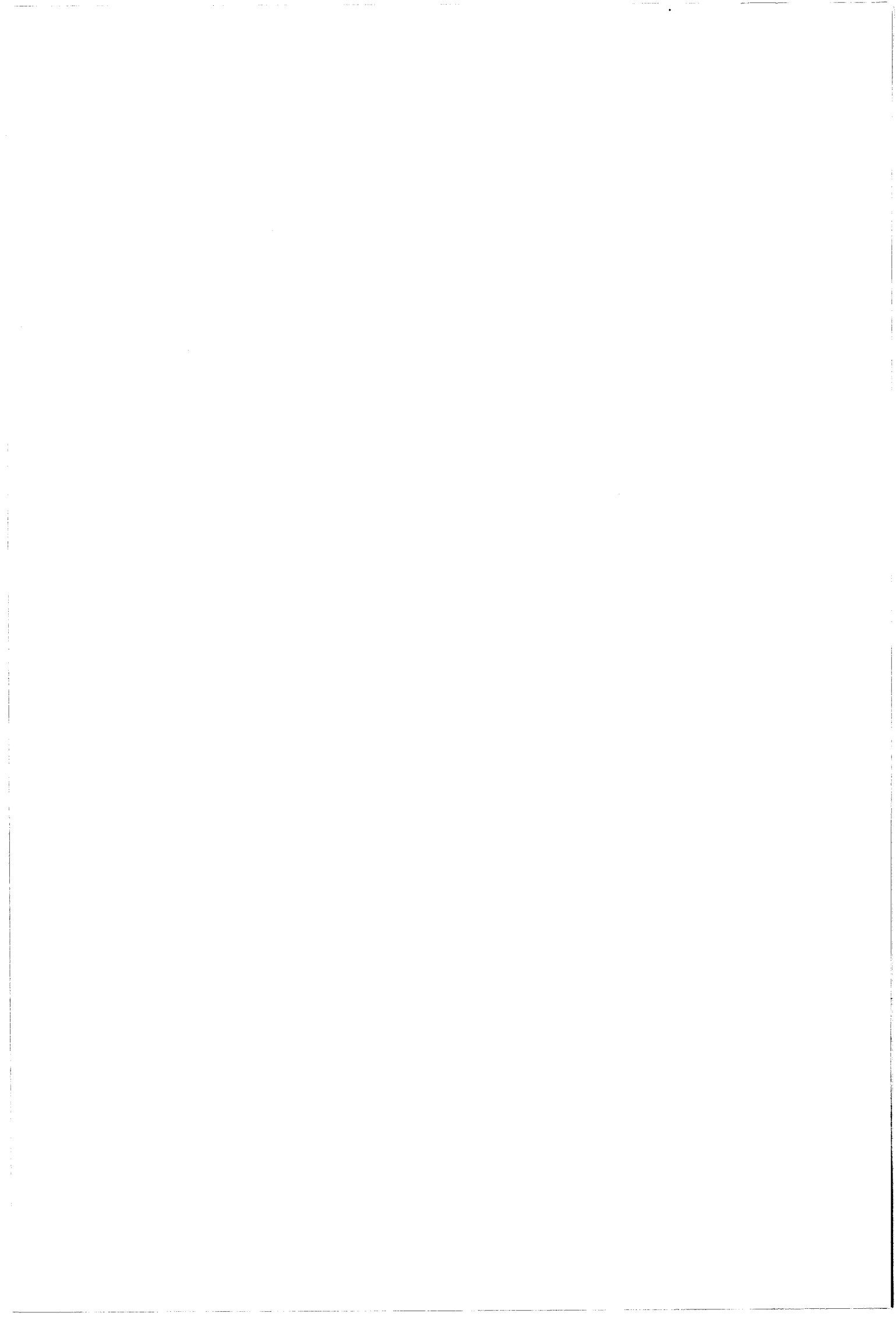
On comprend alors que la densité des dislocations émergentes dans la structure "rampe graduelle épaisse" est beaucoup plus faible que dans la structure "marche + rampe graduelle étroite".

V. 4. 2. Relaxation

La multiplication des dislocations de désadaptation de réseau avec demi-boucles dans le substrat, dans notre système GaInAs / GaAs n'a été observée que dans le cas des structures métamorphiques avec " marche + rampe graduelle étroite" (figure V.13) ou de superréseau (figure IV.19). Dans les deux cas, le taux d'indium de l'alliage GaInAs était supérieur à 15%, ce qui correspond à une désadaptation de l'ordre de 1%.

Dans le cas du système SiGe / Si, le mécanisme de multiplication proposé par LeGoues et al. n'a été observé que dans des structures avec rampe graduelle et l'explication suivante a été proposée : pour qu'il y ait multiplication, il faut que la distance l entre points d'ancrage soit suffisante pour que la contrainte critique de fonctionnement de la source dans le substrat, $\sigma_c = \mu b/l$, soit atteinte. Puisque la distance entre points d'ancrage dépend directement de la densité des dislocations à l'interface, on comprend que ce mécanisme de relaxation soit favorisé dans une rampe graduelle.

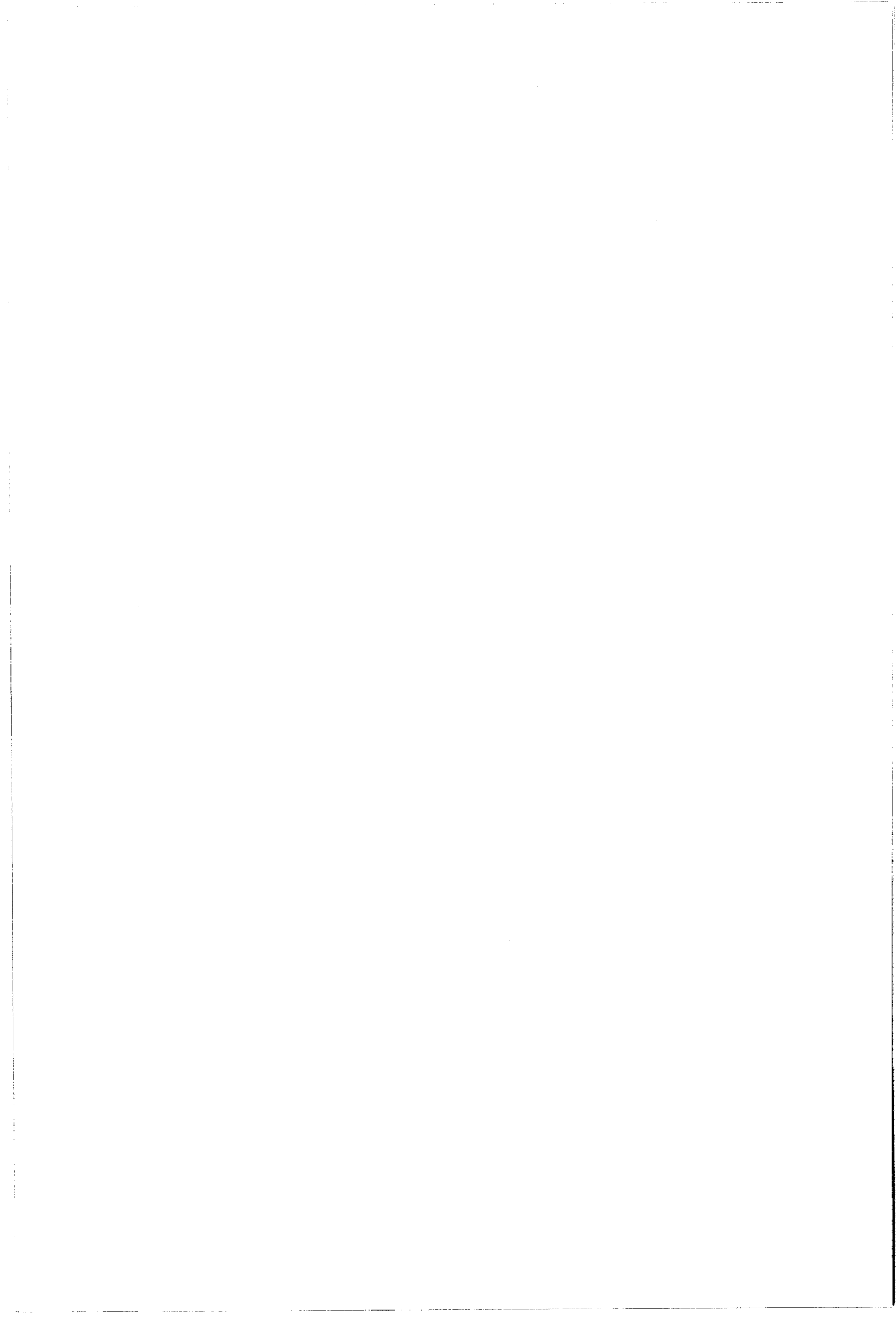
Dans le système GaInAs / GaAs, les points d'ancrage de la source de multiplication résultent de l'asymétrie de glissement du coin V et leur séparation ne dépend donc pas de la densité de dislocations au voisinage de l'interface. Le fait que ce type de source ne fonctionne que dans le cas des structures "marche + rampe graduelle étroite" doit donc plutôt être attribué à un niveau de contrainte plus élevé dans le substrat que dans le cas des rampes larges; ce niveau de contrainte dépend directement de la densité de dislocation au niveau de l'interface, qui est plus forte dans le cas de la structure " marche + rampe graduelle étroite".



Références du chapitre V

- [1] C. Vannuffel, thèse de 3^{ème} cycle, Université de Paris 6 (1990).
- [2] P. Win, Y. Druelle, A. Cappy, Y. Cordier, J. Favre and C. Bouillet, *Appl. Phys. Lett.* **61**, 922 (1992).
- [3] Y. Cordier, thèse de 3^{ème} cycle, U. S. T. Lille (1992).
- [4] Y. Ashizawa et al., *J. Appl. Phys.* **64**, 4065 (1988).
- [5] J. L. Thobel, L. Baudry, A. Cappy, P. Bourel and R. Fauquembergue, *Appl. Phys. Lett.* **56**, 346 (1990).
- [6] P. R. Berger, K. Chang, P. Bhattacharya, J. Singh and K. K. Bajaj, *Appl. Phys. Lett.* **53**, 684 (1988).
- [7] A. Marti Ceschin and J. Massies, *J. Cryst. Growth*, **114**, 693 (1991)
- [8] F. K. Legoues, B. S. Meyerson, J. F. Morar and P. D. Kirchner, *J. Appl. Phys.* **71**, 4230 (1992).
- [9] F. K. Legoues, K. Eberl and S. S. Iyer, *Appl. Phys. Lett.* **60**, 2862 (1992).
- [10] J. C. P. Chang, Jianhui Chen, J. M. Fernandez, H. H. Wieder and K. L. Kavanagh, *Appl. Phys. Lett.* **60**, 1129 (1992).
- [11] E. A. Beam III and Y. C. Kao, *J. Appl. Phys.* **69**, 4253 (1991).
- [12] P. Ribas, V. Krishnamoorthy and R. M. Park, *Appl. Phys. Lett.* **57**, 1040 (1990).
- [13] S. N. G. Chu, S. Nakahara, R. F. Karlicek, K. E. Strege, D. Mitchm and W. D. K. Johnston Jr., *J. Appl. Phys.* **59**, 3441 (1986).
- [14] R. Beanland, G. T. Brown, S. J. Bass, L. L. Taylor and R. C. Pond, *Microscopy of Semiconducting Materials*, *Inst. Phys. Conf.*, **100**, 181 (1989).
- [15] M. Tamura, A. Hashimoto and Y. Nakatsugawa, *J. Appl. Phys.* **72**, 3398 (1992).
- [16] E. A. Fitzgerald, *Journal of Metals* **41**, 20 (1989).
- [17] E. A. Fitzgerald, G. P. Watson, R. E. Proano, D. G. Ast, P. D. Kirchner, G. D. Pettit and J. M. Woodall, *J. Appl. Phys.* **65**, 2220 (1989).
- [18] L. B. Freund, *J. Appl. Phys.* **68**, 2073 (1990).
- [19] V. Randle, I. Barker and B. Ralph, *J. Elect. Microsc. Techn.* **13**, 51 (1989).

CONCLUSION



Il semble bien établi maintenant que, dans le système GaInAs/GaAs, les premiers stades de la relaxation plastique soient caractérisés par la formation préférentielle de dislocations α . Les taux de relaxation plus importants correspondant à des densités comparables de dislocations des deux types (α et β), nous avons proposé et étudié deux mécanismes susceptibles de rendre compte de l'apparition des dislocations β :

1) le glissement dévié des dislocations vis émergentes reliées aux dislocations α

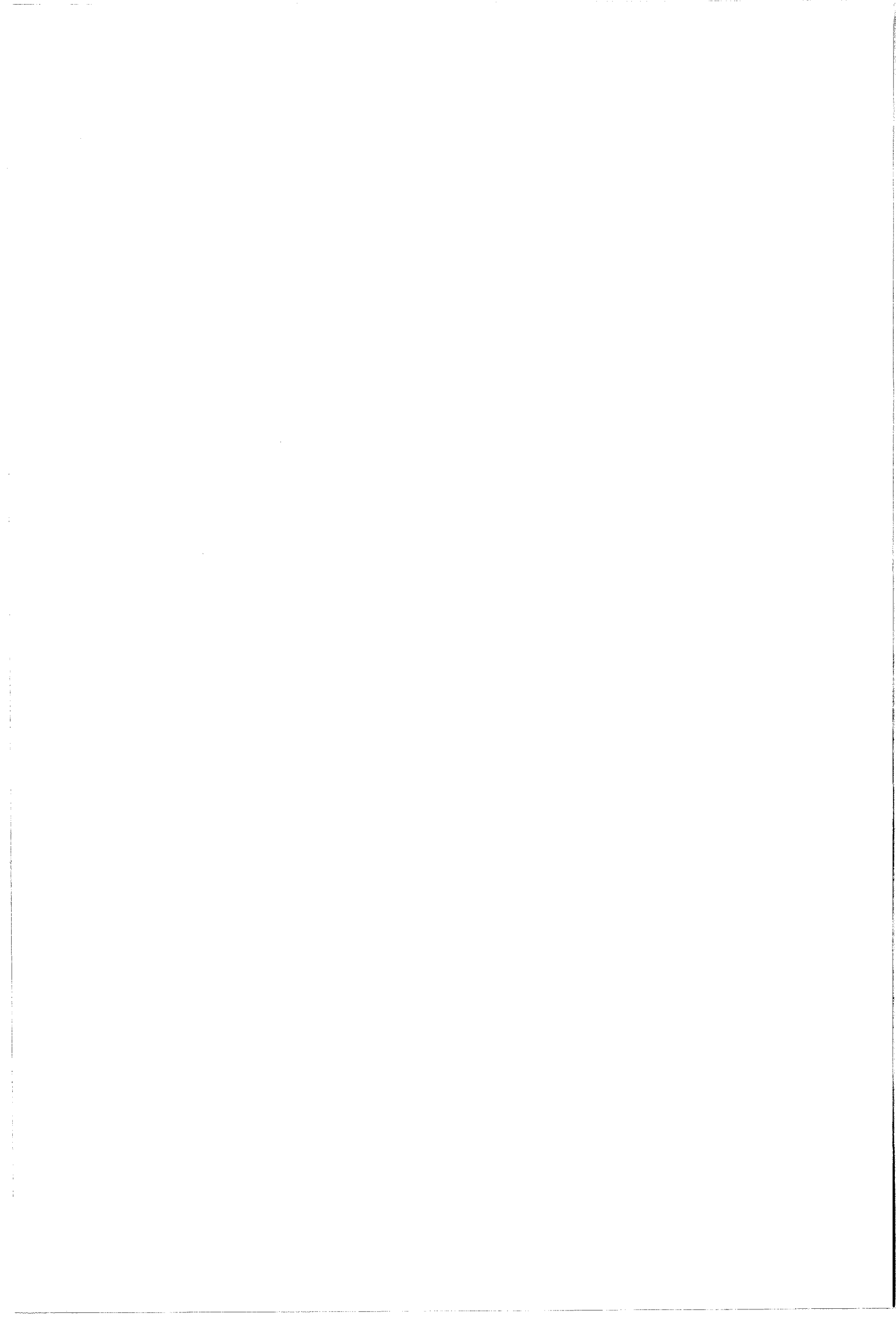
2) un mécanisme de multiplication asymétrique faisant intervenir, lui aussi, le glissement dévié des dislocations vis qui se forment dans le substrat à la suite d'annihilations entre dislocations perpendiculaires. L'opération de ce mécanisme nécessite la présence de contraintes dans le substrat qui permettent de faire fonctionner les sources de dislocation correspondantes.

L'origine de ces contraintes est sujette à discussion. Elle ne peut pas être comprise par l'approche élastique classique (rappelée au chapitre I) et qui consiste à négliger les contraintes dans le substrat parce que ce substrat possède généralement une épaisseur bien supérieure à celle de la couche épitaxiée. Nous avons montré dans ce travail que la présence de contraintes dans le substrat était nécessaire à l'opération du mécanisme de multiplication asymétrique rappelé ci-dessus, mais que cette présence était également nécessaire à la compréhension des deux phénomènes suivants :

- formation des coins V par glissement dévié : les forces tendant à favoriser la formation de ces coins dans le substrat sont la tension de ligne et la force image exercée par l'interface

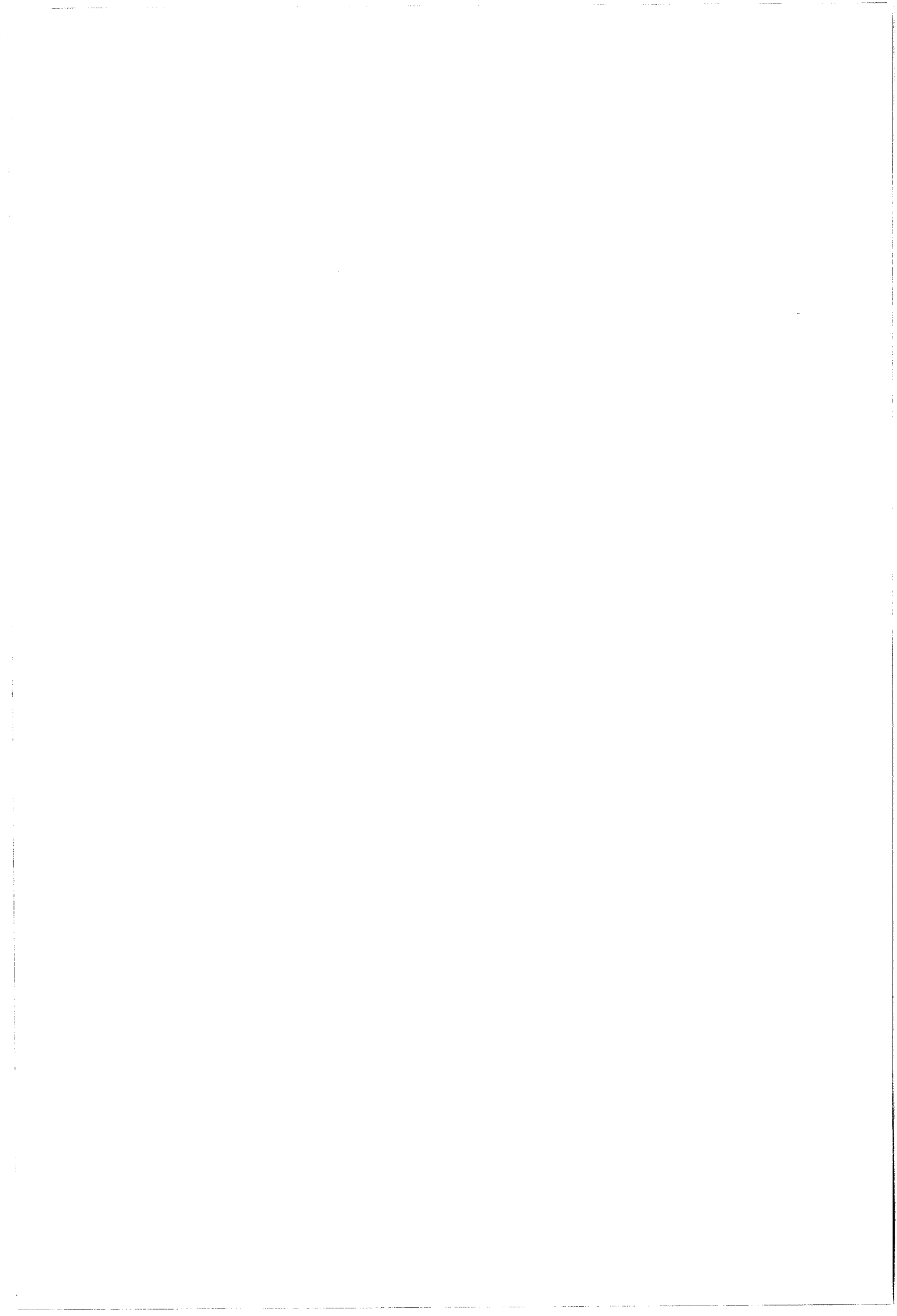
- formation de dislocations coin: aux deux forces citées précédemment s'ajoutent les forces d'interaction entre dislocations dans l'interface, qui comme nous l'avons montré peuvent suffire à expulser certaines de ces dislocations dans le substrat.

Nous avons pu rendre compte des observations correspondantes, non seulement en tenant compte des forces énumérées ci-dessus, mais aussi en

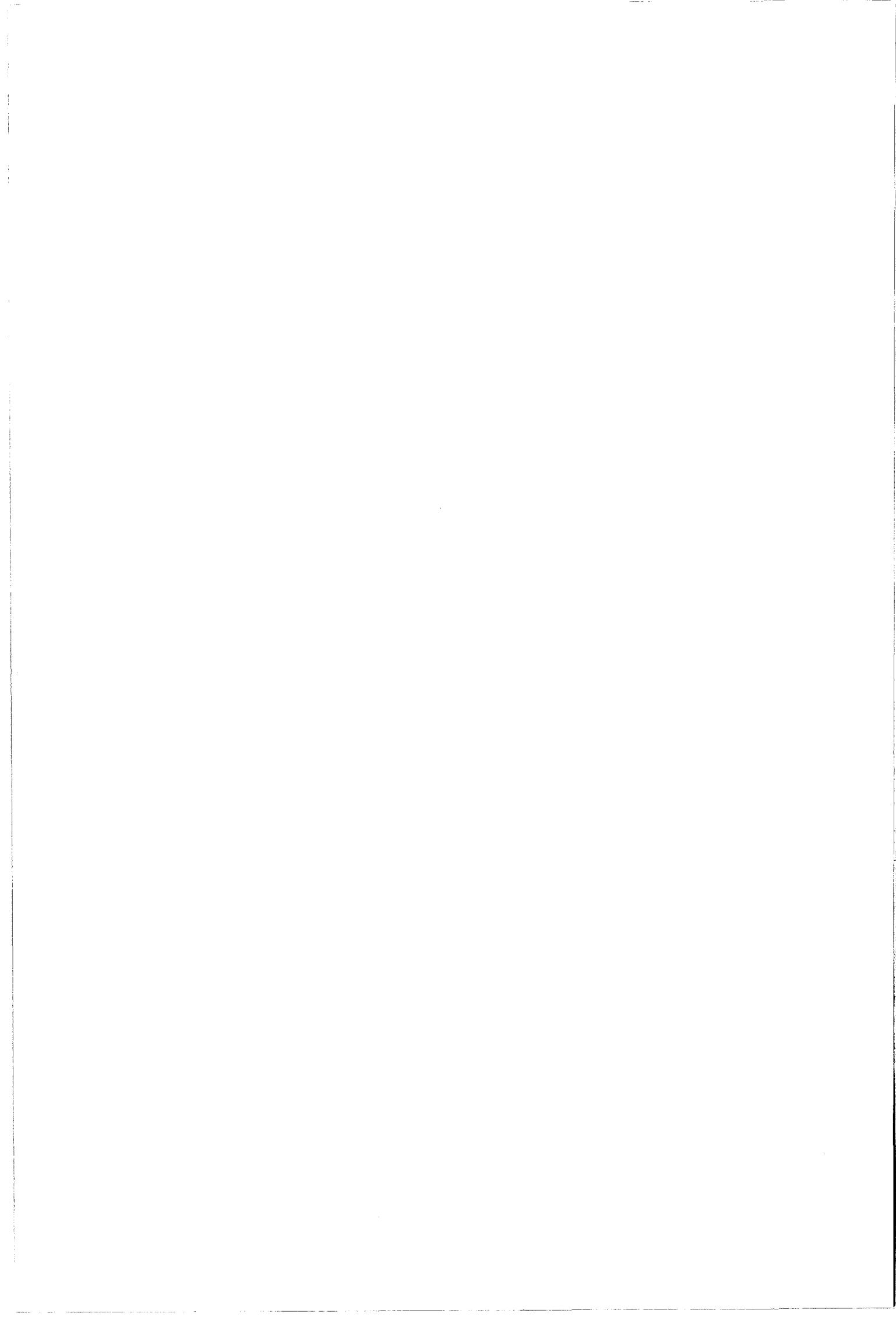


faisant intervenir la mobilité des dislocations et l'influence de la dissociation de ces dislocations. Nous avons pour cela utilisé les nombreux résultats de la déformation plastique des semiconducteurs massifs (à haute température -faibles contraintes- ou à basse température -fortes contraintes-) ou sous forme de lames minces (déformation in situ en microscopie électronique et à température moyenne). Ces résultats ont été transposés au cas de l'épitaxie (couches minces, haute température et fortes contraintes) en tenant compte dans la mesure du possible des forces images dues à la surface libre ou aux interfaces.

Les configurations de dislocations étant plus complexes dans le cas du mécanisme de glissement asymétrique, il est difficile dans ce cas de proposer un bilan significatif des forces s'exerçant sur les dislocations dans le substrat. Il est probable que, comme dans le cas des dislocations coin, les forces d'interaction entre dislocations dans l'interface soient déterminantes, ce qui rendrait bien compte du fait que les sources de dislocations ne sont observées dans le substrat que lorsque les densités de dislocations sont suffisamment élevées au niveau de l'interface (taux de relaxation plastique important dans le cas des superréseaux du chapitre IV ou rampe structure "marche + rampe graduelle étroite" dans le cas des structures métamorphiques du chapitre V).



ANNEXE 1



CALCUL DE LA FORCE D'INTERACTION ENTRE DEUX DISLOCATIONS PARALLELES.

Soient deux dislocations parallèles et de vecteur de Burgers respectif **a** et **b** décomposables suivant les trois axes X_1 , X_2 et X_3 comme suit (figure A.1.1.):

$$\mathbf{a} = \mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_2 + \mathbf{a}_3$$

$$\mathbf{b} = \mathbf{b}_1 + \mathbf{b}_2 + \mathbf{b}_3$$

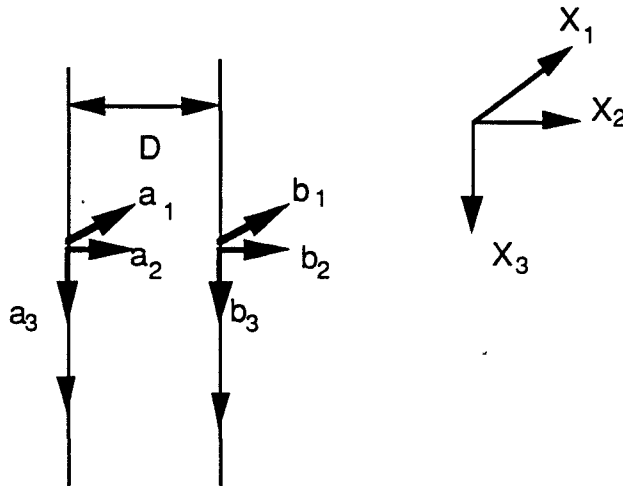


Figure A.1.1. : Système de référence utilisé pour calculer la force d'interaction entre deux dislocations parallèles.

On calcule la force d'interaction $(F/l)_i$ par unité de longueur entre deux dislocations parallèles à X_3 et de vecteurs de Burgers respectifs \mathbf{a}_i et \mathbf{b}_i .

On trouve ainsi :

$$(F/l)_1 = \frac{-\mu a_1}{2\pi(1-\nu)D} (b_2 X_1 - b_1 X_2)$$

où μ est le module de cisaillement et ν le coefficient de Poisson

$$(F/l)_2 = \frac{\mu a_2}{2\pi(1-\nu)} (b_2 X_2 - b_1 X_1)$$

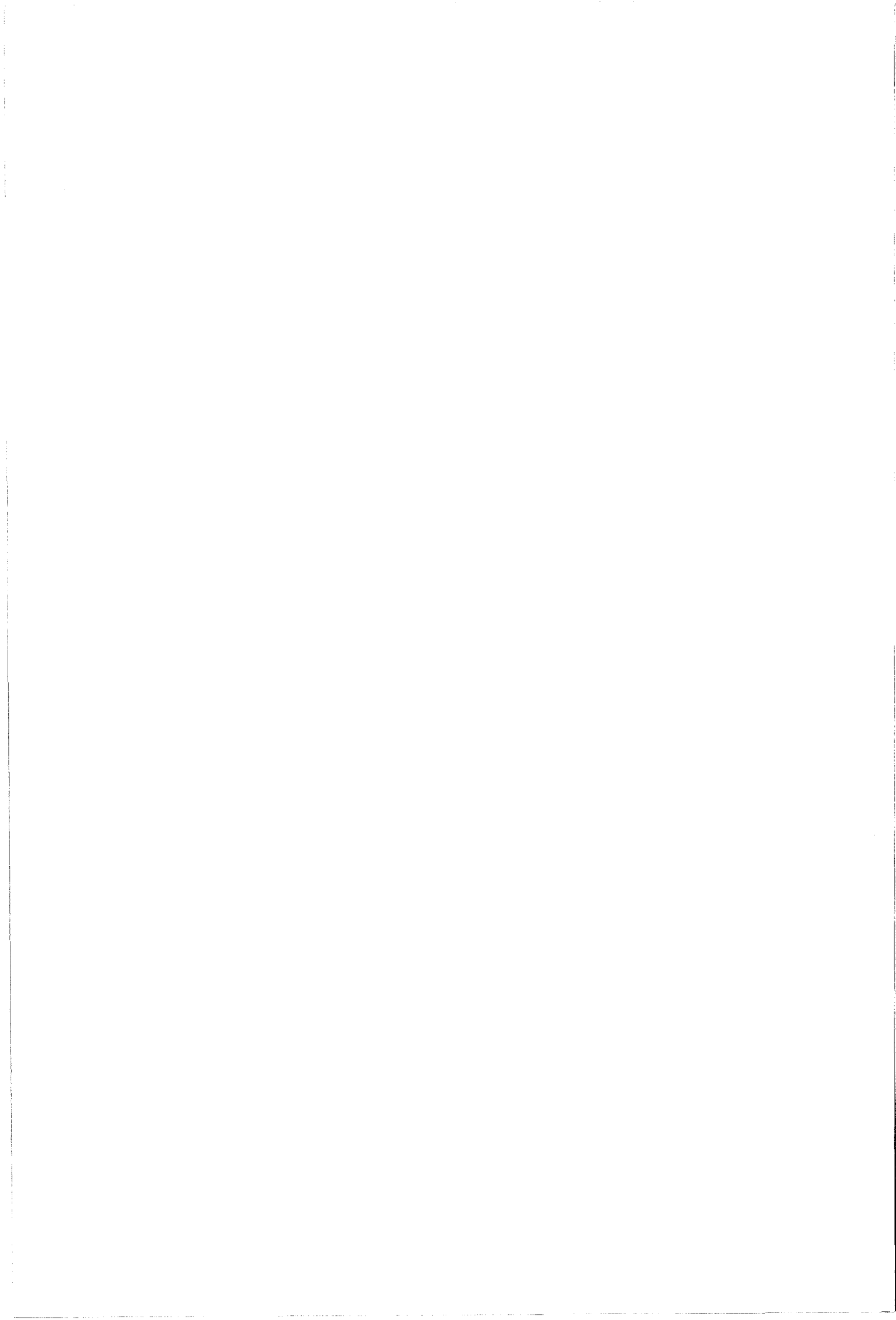
$$(F/l)_3 = \frac{\mu a_3 b_3}{2\pi(1-\nu)l} X_2.$$

Si on se place dans le cas des vecteurs de Burgers $\mathbf{a} = 1/2 [0\bar{1}\bar{1}] = -\mathbf{b}_2$ et $\mathbf{b} = 1/2[101] = \mathbf{b}_3$, ils se décomposent comme suit

$$\mathbf{a} = -1/2 [001] + 1/4[1\bar{1}0] - 1/4[110]$$

$$\mathbf{b} = 1/2 [001] + 1/4[1\bar{1}0] + 1/4[110]$$

dans le référentiel défini par $X_1 = [001]$, $X_2 = [1\bar{1}0]$ et $X_3 = [110]$



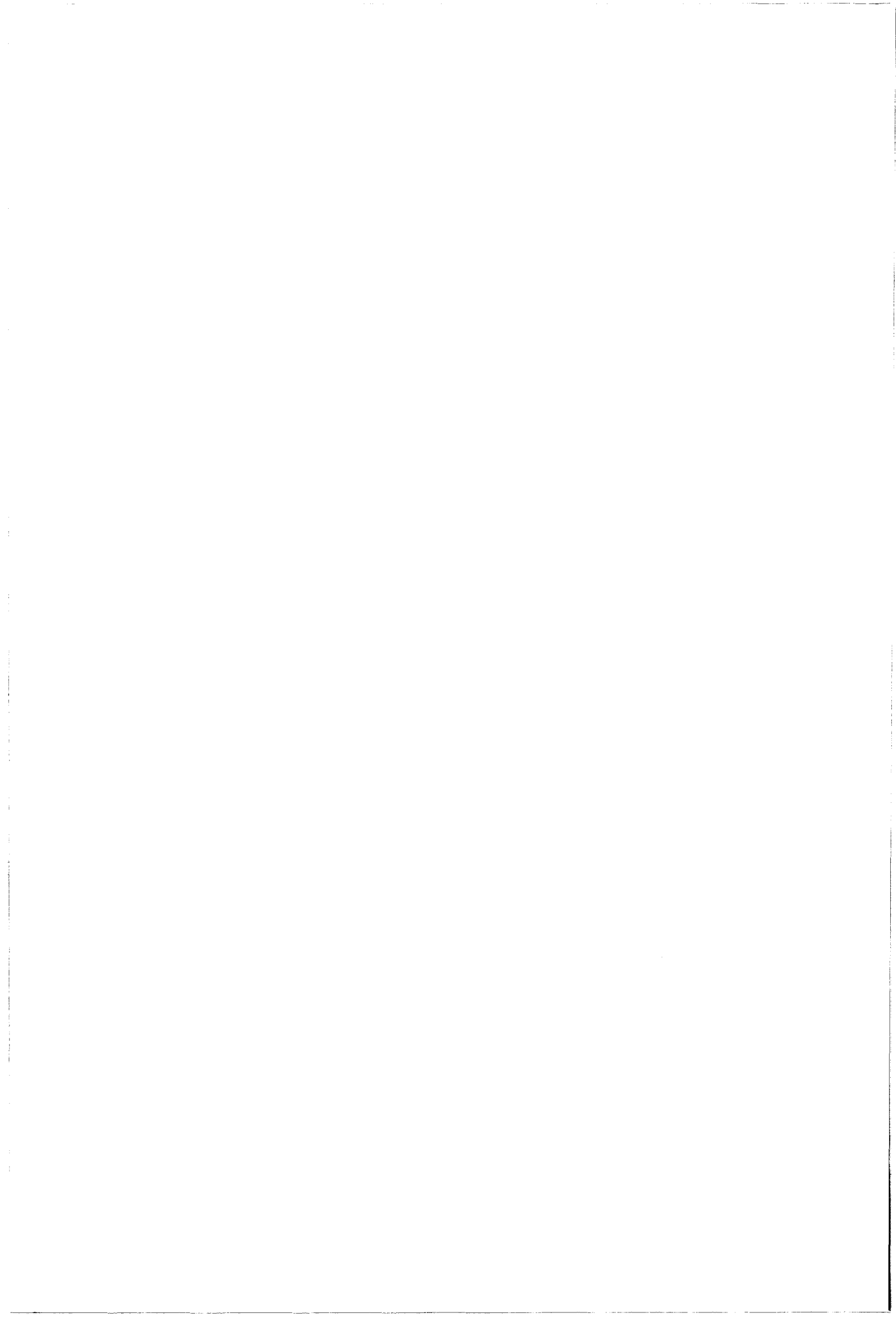
La force d'interaction par unité de longueur F/l , exercée par la dislocation de vecteur de Burgers $-b_2$ sur la dislocation de vecteur de Burgers b_3 vaut :

$$F/l = \frac{-\mu b^2 (2-\nu)}{8\pi l (1-\nu)} X_2.$$

où b est la norme du vecteur de Burgers.

En projetant cette force dans le plan de glissement on trouve:

$$F = \frac{-\mu b^2 (2-\nu)}{8\pi\sqrt{3}l (1-\nu)}$$



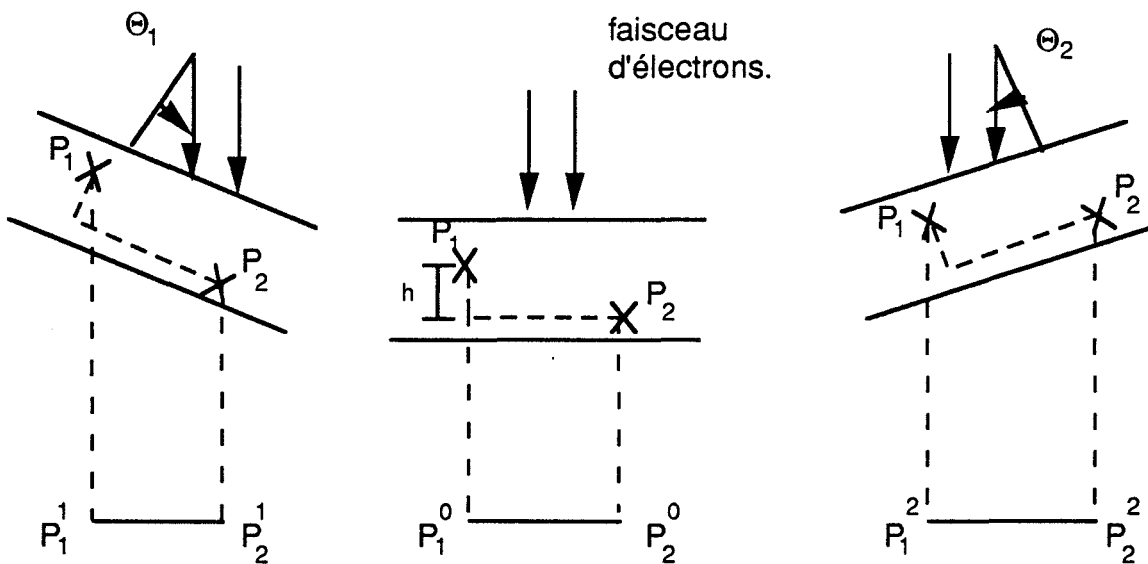
ANNEXE 2



DETERMINATION QUANTITATIVE DE LA GEOMETRIE D'UN COIN V PAR STEREOMICROSCOPIE.

La stéréomicroscopie permet d'effectuer la reconstruction tridimensionnelle d'un objet à partir de deux images prises sous des angles différents, ces images constituant une paire stéréoscopique.

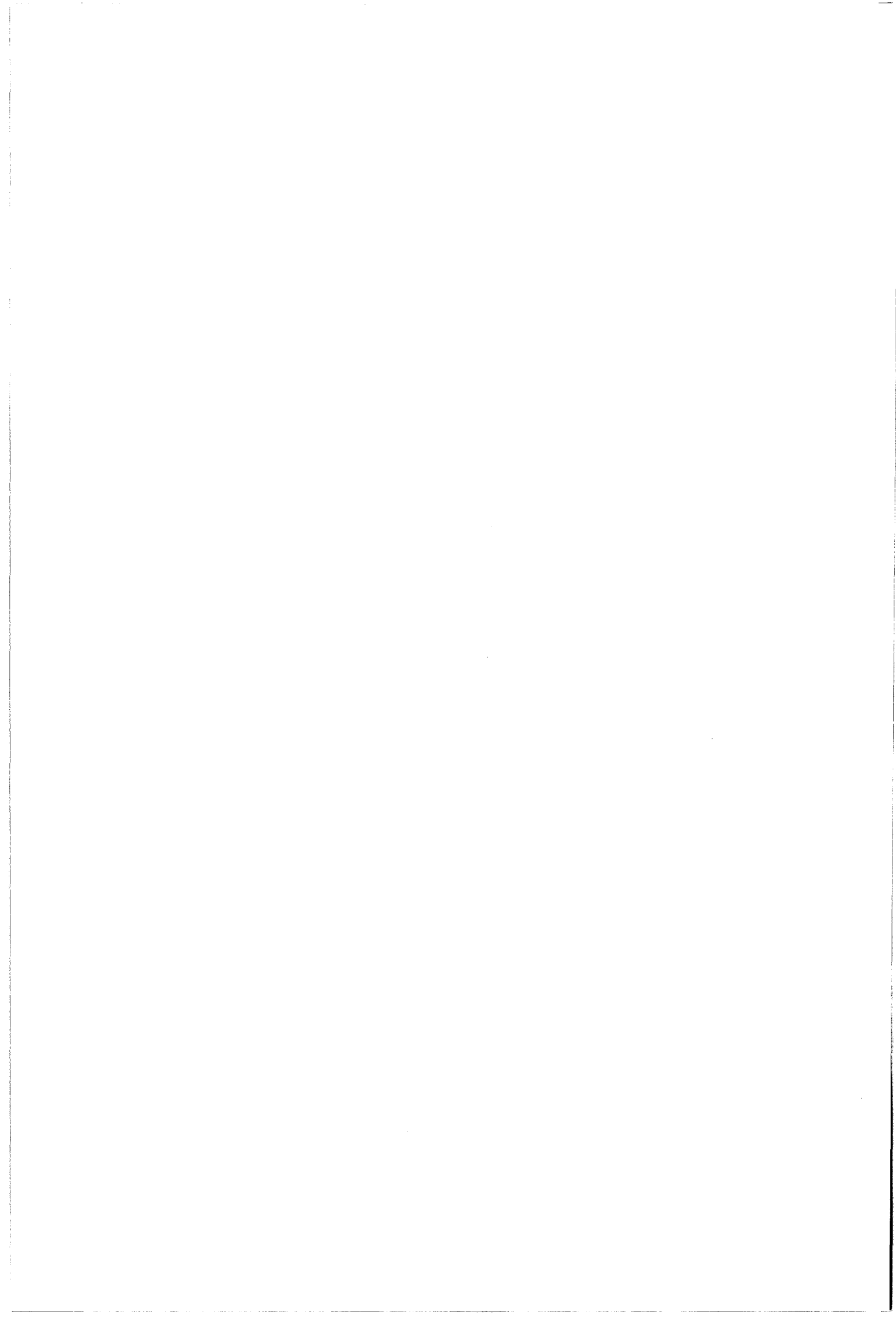
On considère par exemple dans une lame mince deux points P_1 et P_2 séparés d'une distance h suivant la direction du faisceau électronique (figure A2.1). Lorsque deux images sont réalisées dans des conditions d'inclinaisons Θ_1 et Θ_2 , on peut évaluer h en utilisant la formule (1) [1].



$$h = \frac{P_1^1 P_2^1 \cos \Theta_2 - P_1^2 P_2^2 \cos \Theta_1}{M \sin (\Theta_1 - \Theta_2)} \quad (1) \quad \text{où } M \text{ est le grandissement}$$

$$p = P_1^2 P_2^2 - P_1^1 P_2^1 \quad (2) \quad p \text{ est la parallaxe}$$

Figure A.2.1.: Principe de la mesure, par stéréomicroscopie, de la différence de hauteur h entre deux points P_1 et P_2 d'une lame mince.



Si les points P_1 et P_2 correspondent à des dislocations vues debout, il faut prendre les deux images dans les mêmes conditions de diffraction, c'est à dire qu'il faut positionner le vecteur de diffraction parallèlement à l'axe de rotation. Pour obtenir un bon effet stéréoscopique, il faut de plus prendre les images avec des angles $\Theta_1 + \Theta_2$ de l'ordre de 10 à 15°.

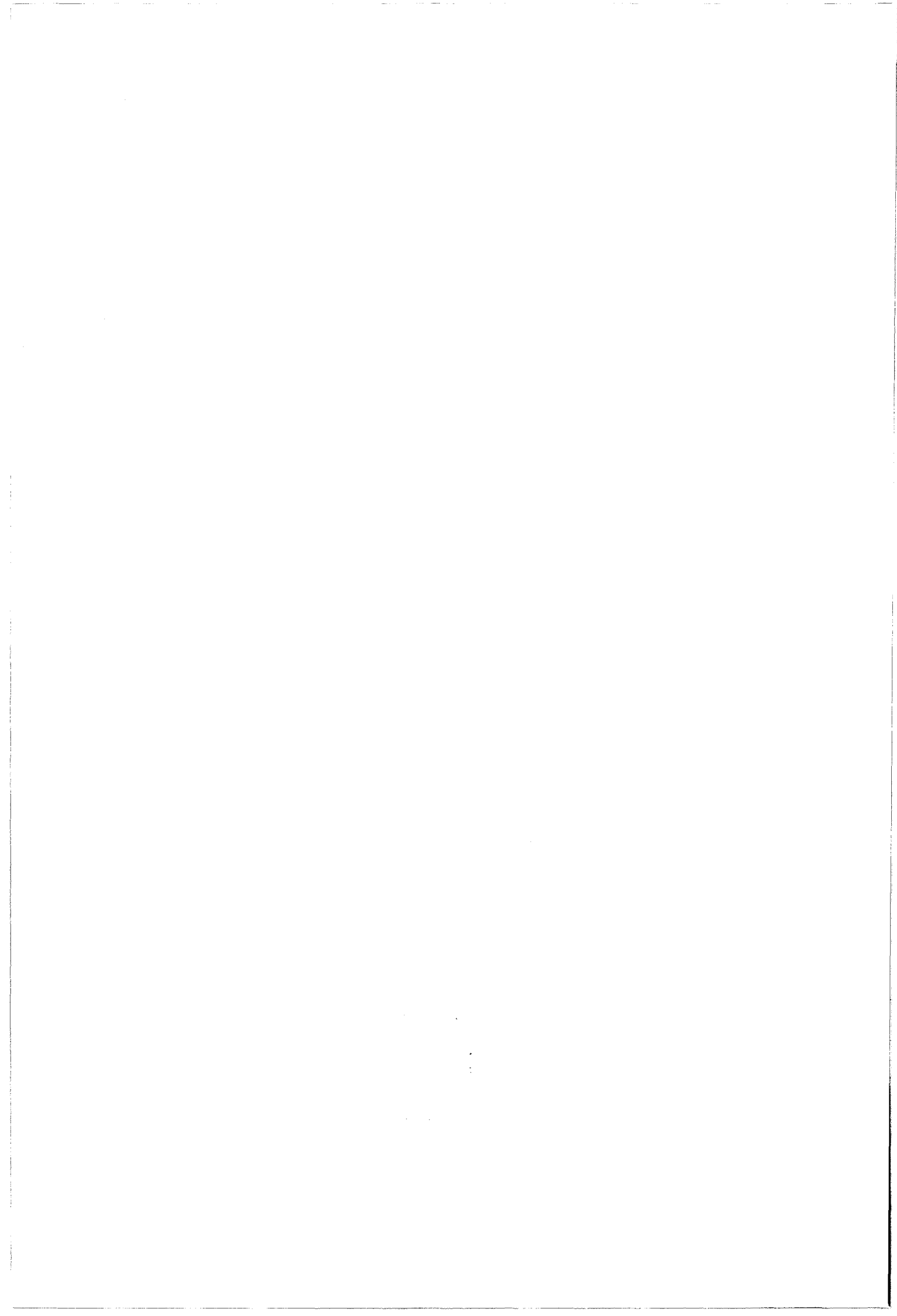
Trois images de coin V (figure 2), d'angle d'inclinaison (-25), (-10) et (+7) ont été traitées par N.Bonnet à l'INSERM de Reims. Les résultats sont rassemblés dans le tableau suivant:

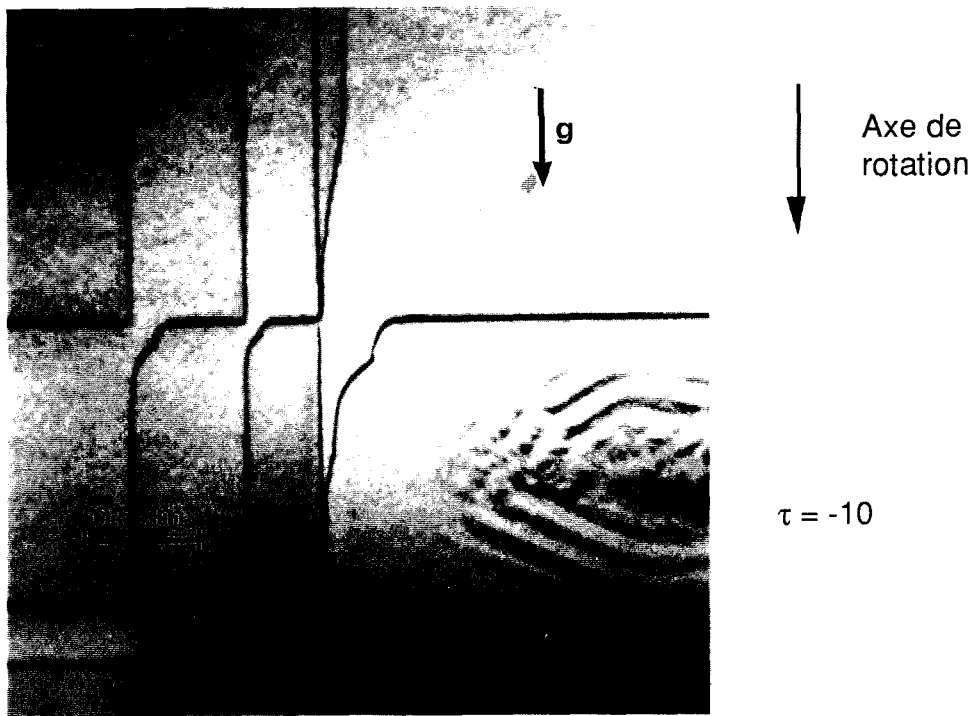
Paires stéréoscopiques	parallaxe p (μm)	différence de hauteur h (μm)
image 2.a / image 2.b	0.045	0.27
image 2.a / image 2.c	0.115	0.22
image 2.b / image 2.c	0.069	0.23

En faisant une moyenne on peut évaluer la différence de hauteur et l'incertitude sur la mesure:

$$h=0.24 \pm 0.02 \mu\text{m}.$$

[1] J.F.Nankivell, *Optik*, **20**, 171 (1963).

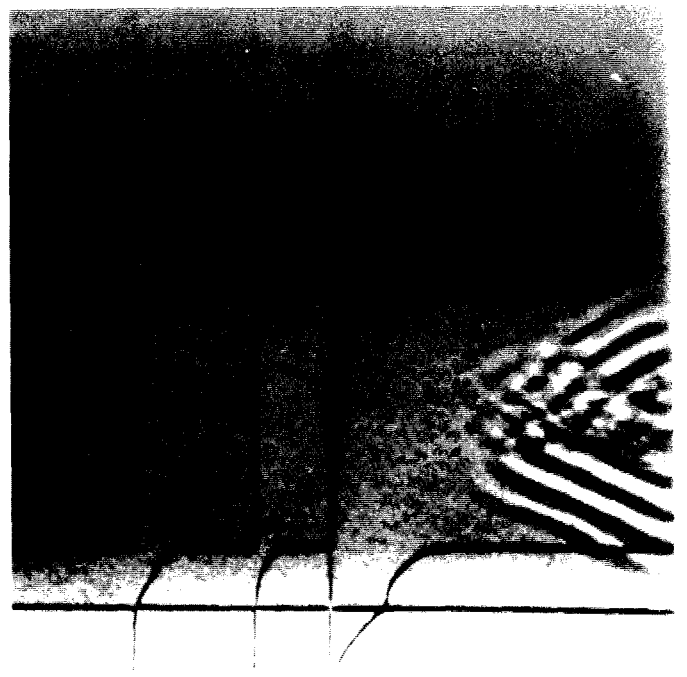




a



b



c



Figure A.2.2. : Micrographies électroniques prises dans les mêmes conditions de diffraction, mais à des inclinaisons différentes (axe de rotation $[1\bar{1}0]$).

Résumé

Cette étude contribue à la compréhension des mécanismes de relaxation plastique des couches minces semiconductrices. Pour cela, des hétérostructures $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}/\text{GaAs}$, avec x variant de 0,03 à 0,3 ont été observées par Microscopie Electronique en Transmission. Nos résultats montrent que les mécanismes mis en jeu dépendent à la fois du taux d'indium x et du taux de relaxation.

Deux mécanismes ont été mis en évidence pour les taux de relaxation faibles ($< 10\%$):

- pour $x < 0,05$, les premières dislocations (de type α) apparaissant à l'interface sont parallèles à la direction $[1\bar{1}0]$. Les dislocations parallèles à la direction $[110]$ (de type β) se forment ensuite à partir des précédentes par glissement dévié.

- pour $0,05 < x < 0,2$, on observe les deux types de dislocations, en densité suffisante pour qu'elles puissent interagir. En particulier, l'interaction entre deux dislocations perpendiculaires et de même vecteur de Burgers, conduisant à une annihilation, est à l'origine:

* de la formation des dislocations coin par glissement et recombinaison, dans le substrat, de deux dislocations d'interface parallèles,

* et d'un mécanisme de multiplication des dislocations de type β .

Pour les taux de relaxation élevés ($> 80\%$) et pour $x > 0,2$, le mécanisme prédominant correspond à une croissance en îlots qui ne peut être évitée que si on intercale entre le substrat et la couche épitaxiée une structure tampon. Dans ces conditions, les mécanismes décrits pour les taux de relaxation faibles sont à nouveau opérationnels, ce qui permet de contrôler la formation des dislocations et de les confiner dans la structure tampon.

Mots clés

Microscopie Electronique en Transmission
Dislocations d'interface
Glissement dévié
Couches pseudomorphique / métamorphique

Hétérostructures
 $\text{GaInAs}/\text{GaAs}$
Multiplication
Contraintes

