

UNIVERSITE DE SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Laboratoire de Structures et Propriétés de l'Etat Solide

N° d'ordre : 3047

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

en vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité : Sciences des Matériaux

par

Jean-Michel CHAUVEAU



**Influence des conditions de croissance sur la qualité
structurale et la morphologie de surface de rampes à
composition graduelle InAlAs sur GaAs :
Application aux HEMTs métamorphiques.**

Soutenance le 11 décembre 2001

Mme Chantal FONTAINE	Directeur de Recherche, LAAS Toulouse	Rapporteur
M. Jean-Luc DEMENET	Professeur, Université de Poitiers	Rapporteur
M. Alain CAPPY	Professeur, Université de Lille 1	
M. François ALEXANDRE	Ingénieur de Recherches, Optoplus Marcoussis	
M. Yvon CORDIER	Chargé de Recherches, CRHEA Valbonne	
Mme Denise FERRE	Maître de Conférences, Université de Lille1	
M. Jean DI PERSIO	Professeur, Université de Lille 1	Directeur de Thèse

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'Université des Sciences et Technologies de Lille au sein du Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide (ESA 8008) sous la responsabilité de Monsieur Jean Di Persio. Je tiens sincèrement à le remercier pour les conseils et les explications qu'il a formulés tout au long de cette étude ainsi que pour l'a grande liberté qu'il m'a laissée tout au long de ces trois années.

Je tiens à remercier Monsieur Alain Cappy qui m'a fait l'honneur d'accepter de présider le jury. Etre rapporteur représente une immense charge de travail. Je tiens donc à remercier Madame Chantal Fontaine et Monsieur Jean-Luc Demenet d'avoir accepté cette charge. Je remercie également Monsieur François Alexandre d'avoir bien voulu examiner ce travail et en participant au jury.

Mes chaleureux remerciements s'adressent aussi à Monsieur Yvon Cordier sans qui ce travail n'aurait pas eu la même densité. Sa disponibilité et ses compétences d'excellent épitaxieur nous ont fait avancer et entrevoir la véritable dimension de cette étude. Le travail que nous avons effectué ensemble donne, à mon sens, une véritable signification au mot « collaboration »

Ce ne sont pas des remerciements mais des excuses que je dois à Madame Denise Ferré. L'ensemble des caractérisations par microscopie à force atomique lui est dû. Travailler avec elle fut est réel plaisir. Elle a su faire preuve d'une disponibilité permanente malgré les épreuves. Merci Denise.

Je remercie de plus Denise et Yvon d'avoir accepté de participer au Jury.

Etant donnée la densité de ce travail, de nombreuses personnes sont intervenues. Tout d'abord Monsieur Ydir Androussi qui est l'auteur de nombreux clichés de microscopie électronique en transmission de ce travail. Je tiens vivement à le remercier pour ses conseils et sa patience.

Ensuite, au sein du laboratoire, Messieurs Benoit Hue et Claude Vanmansart ont eu la douloureuse tâche de faire fonctionner un diffractomètre qui, visiblement, n'aspirait qu'au repos.

Puis je tiens à remercier l'ensemble des membres du laboratoire qui m'ont soutenu et ont permis le bon déroulement de ce travail. Je n'oublierais pas non plus Jérémie, Olivia, Vincent, Sophie, Philippe, Ahmed (etc, etc) pour leur sympathie et leur soutien (moral et physique ?).

Enfin, je terminerai par un remerciement adressé à l'ensemble de l'équipe épitaxie de l'IEMN dirigée par Monsieur Francis Mollot et notamment Monsieur Dominique Vignaud ainsi que Monsieur Christophe Coïnon qui m'a dépanné lorsque le diffractomètre était en passe de rendre l'âme. Non Eric, Non Hervé, je ne vous ai pas oubliés. Merci pour les discussions scientifiques et le reste...

Lire une thèse de physique lorsque l'on est littéraire relève de l'exploit. Létitia, tu as relevé ce défi en sacrifiant beaucoup de ton temps. Je te dédie cette thèse.

Sommaire

<u>Introduction générale</u>	1
<u>Chapitre I :</u>	
Du composé III-V au composant métamorphique.	3
<u>Chapitre II :</u>	
Techniques expérimentales.	31
<u>Chapitre III :</u>	
Plasticité des rampes simples.	75
<u>Chapitre IV :</u>	
Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux HEMTs	135
<u>Conclusion générale</u>	203
<u>Annexes</u>	207

INTRODUCTION GENERALE

L'étude réalisée dans le cadre de ce travail porte sur la relaxation élastique et plastique des contraintes dans l'hétérostructure InAlAs/InGaAs/GaAs métamorphique et sur les mécanismes qui sont à la base de cette relaxation. L'hétérostructure InAlAs/InGaAs présente un intérêt fondamental dans les applications électroniques en hyperfréquences, de par la grande mobilité des électrons dans le canal InGaAs quand la composition en indium est élevée (>30%). Dans cette structure, le matériau InGaAs constitue la couche active ; le matériau InAlAs quant à lui sert de couche de confinement. Les propriétés attendues ne sont cependant optimales que si les couches sont parfaitement non-contraintes ou **métamorphiques**. Compte tenu des matériaux en présence, cette condition n'est pas compatible avec une épitaxie directe sur un substrat GaAs à cause de la forte désadaptation des paramètres de réseau entre les couches et le substrat (>2%).

Une solution consiste à insérer entre le substrat et l'hétérostructure (i.e. les couches actives) une couche tampon (buffer) dont le rôle principal est de « rattraper » les écarts de paramètres entre le substrat et les couches actives. De nombreuses structures de couches tampon ont été proposées dans la littérature ; au cours de notre étude, nous avons choisi des couches tampons constituées de rampes graduelles de composition en matériau InAlAs.

L'objectif de ce travail est double :

- comprendre et maîtriser le comportement élastique et plastique des rampes de composition en InAlAs simples utilisées comme couches tampon.
- appliquer les résultats obtenus à l'élaboration de composants électroniques réellement métamorphiques. Le choix fait a été celui de transistors à haute mobilité électronique (High Electron Mobility Transistors, ou HEMTs).

A travers ces deux objectifs, un certain nombre de questions émergent :

- Quelle(s) configuration(s) de couche tampon doit-on retenir afin d'atteindre le caractère réellement métamorphique dans l'hétérostructure?
- Comment maîtriser une rugosité de surface qui risque de nuire fortement aux performances des composants. Quels sont les paramètres qui permettent de la contrôler lors de la croissance ?
- Le matériau InAlAs a été peu étudié car il pose de délicats problèmes de croissance à la fois par sa tendance à vouloir se décomposer chimiquement et par l'influence des contraintes induites par l'écart entre son paramètre de réseau et celui du substrat GaAs. Peut-on dès lors optimiser les conditions de croissance qui permettent de faire

croître une rampe à base de cet alliage ; et comment les concilier avec les objectifs de relaxation et de morphologie de surface et d'interfaces ?

L'étude expérimentale s'est appuyée essentiellement sur la technique de cartographie de réseau réciproque basée sur la triple diffraction des rayons X. Nous montrons que seule l'utilisation croisée de cette technique avec les techniques d'imagerie (Microscopie Electronique en Transmission et Microscopie à Force Atomique) a permis d'interpréter le comportement complexe de ces structures en relaxation.

Les couches ont été épitaxiées à l'Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord (IEMN). C'est grâce à une étroite collaboration avec les membres de cet Institut et notamment avec Dr. Y. Cordier que nous avons pu avoir une approche globale de ce sujet allant des phénomènes de croissance à l'étude de la plasticité des structures tout en gardant à l'esprit l'objectif final du composant **métamorphique**. C'est dans cette diversité qu'a résidé l'originalité de ce travail.

Après quelques rappels sur les propriétés de l'hétérostructure InAlAs/InGaAs/GaAs et du transistor HEMT (chapitre I), nous détaillons au chapitre II les techniques expérimentales utilisées et notamment la triple diffraction des Rayons X avec l'application de la cartographie de réseau réciproque. Le chapitre III est consacré à l'étude de la couche tampon graduelle InAlAs. Les analyses des comportements élastiques et plastiques et de la morphologie de surface y sont abordés. Nous montrons que seul un compromis en termes de relaxation et de morphologie de surface a pu être déterminé. Ce compromis est lié en partie au caractère très métastable des structures étudiées que nous mettons en évidence. Dans le dernier chapitre enfin, nous montrons que le caractère parfaitement métamorphique peut être atteint si on utilise une forme particulière de la structure complète associant l'insertion d'un décrochement de composition entre la couche tampon et les couches actives. Nous déterminons les conditions de croissance optimales pour la réalisation de composants réellement métamorphiques. Enfin, nous terminons par un exemple de validation de la filière métamorphique appliqué à l'intégration de composant.

Chapitre I :

***Du composé III-V au composant
métamorphique.***

<u>I. LES COMPOSES III-V : CRISTALLOGRAPHIE ET DISLOCATIONS</u>	5
I.1. CRISTALLOGRAPHIE DES COMPOSES III-V	5
I.2. CONTRAINTES ET DISLOCATIONS DANS LES HETEROSTRUCTURES III-V	7
I.2.A Pseudomorphisme et métamorphisme	8
I.2.B Dislocations dans les hétérostructures	10
I.2.C Modèles d'épaisseur critique	13
<u>II. LE TRANSISTOR HEMT : DESCRIPTION ET APPLICATIONS</u>	17
II.1. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU HEMT	17
II.2. LES DIFFERENTS HEMTs SUR GAAS ET INP	19
II.2.A Les HEMTs pseudomorphiques	20
II.2.B La filière adaptée en paramètre de maille sur InP	20
II.2.C La filière métamorphique	21
II.3. LE HEMT METAMORPHIQUE	22
II.3.A La composition en indium : un degré de liberté supplémentaire	22
II.3.B Le matériau métamorphique	23
II.4. DOMAINES D'APPLICATION	25
<u>III. BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I</u>	27

Ce chapitre a pour but de faire quelques rappels permettant une meilleure compréhension des objectifs poursuivis dans ce travail. La première moitié est consacrée à un rappel des principales propriétés cristallographiques, élastiques et plastiques des hétérostructures de composés III-V.

Dans une deuxième partie, nous donnons une description simplifiée du composant, le transistor HEMT (**H**igh **E**lectron **M**obility **T**ransistor), qui est la finalité de l'étude par rapport aux objectifs fixés. Le principe de fonctionnement ainsi que la structure sont détaillés. Les différents types de HEMTs sur substrat arséniure de gallium GaAs ou phosphure d'indium InP sont recensés. L'intérêt de ce type de transistor et ses différents domaines d'application sont présentés.

I. Les composés III-V : cristallographie et dislocations.

I.1. Cristallographie des composés III-V

Les composés III-V sont constitués d'éléments de la colonne IIIb (Al, Ga, In) et d'éléments de la colonne Vb (As, P, Sb, N) de la classification périodique de Mendeleiev. Les composés binaires tels que l'arséniure de gallium (GaAs), l'arséniure d'aluminium (AlAs), le phosphure d'indium (InP) ainsi que leurs alliages ternaires et quaternaires présentent des propriétés très intéressantes pour les applications hyperfréquences. Les alliages sont obtenus par substitution partielle d'un élément par un autre de la même colonne. Au cours de cette étude, nous nous intéresserons à deux types d'alliages : $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ et surtout $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$. En première approximation, on s'attend à ce que les propriétés physiques de ces alliages soient déterminées par combinaison linéaire de celles des composés binaires qui les forment (loi de Vegard¹).

La figure I-1 représente l'évolution de l'énergie de bande interdite des composés III-V binaires, ternaires et quaternaires en fonction de leur paramètre de maille. Si le domaine des largeurs de bandes interdites théoriquement accessibles est très étendu (de 0,2 à 2,4 eV environ), il faut cependant noter que le nombre des composés adaptés en paramètre de maille sur un substrat binaire est très limité et que toute croissance d'un matériau en dehors de ces quelques cas particuliers générera des contraintes dans les couches épitaxiées.

¹ Cette loi ne s'applique en toute rigueur qu'à des matériaux non contraints.

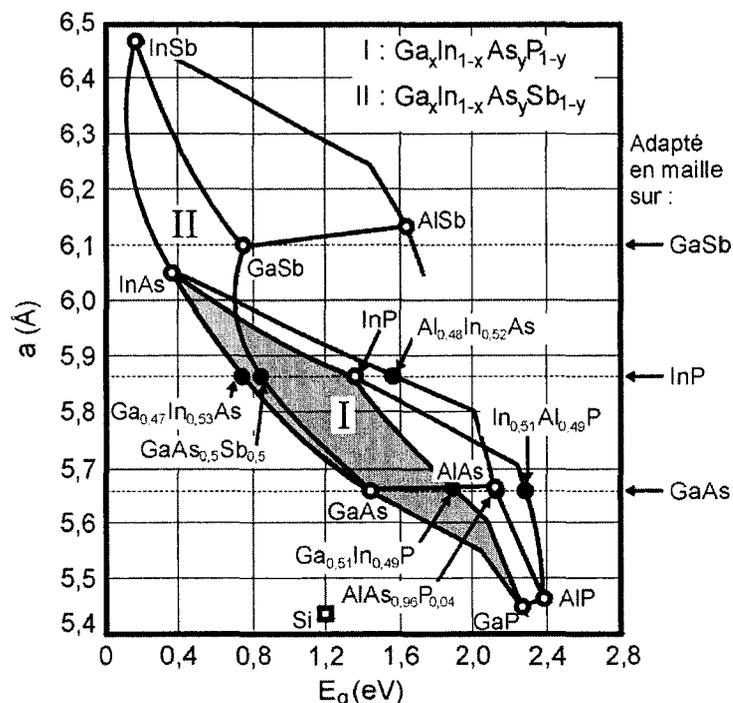


Fig. I-1 : Evolution de l'énergie de bande interdite en fonction du paramètre cristallin des alliages de composés III-V [Chevalier1998]

La structure dans laquelle les éléments III-V étudiés ici cristallisent est la structure sphalérite (ou zinc-blende). La figure I-2 en est une représentation schématique. La structure est composée de deux sous-réseaux « cubiques à faces centrées » (l'un d'éléments III notés A et l'autre d'éléments V notés B) qui sont décalés l'un par rapport à l'autre le long de la diagonale principale de $a\sqrt{3}/4$, où a est le paramètre de maille du matériau. Chaque atome possède quatre premiers voisins de nature chimique différente de la sienne.

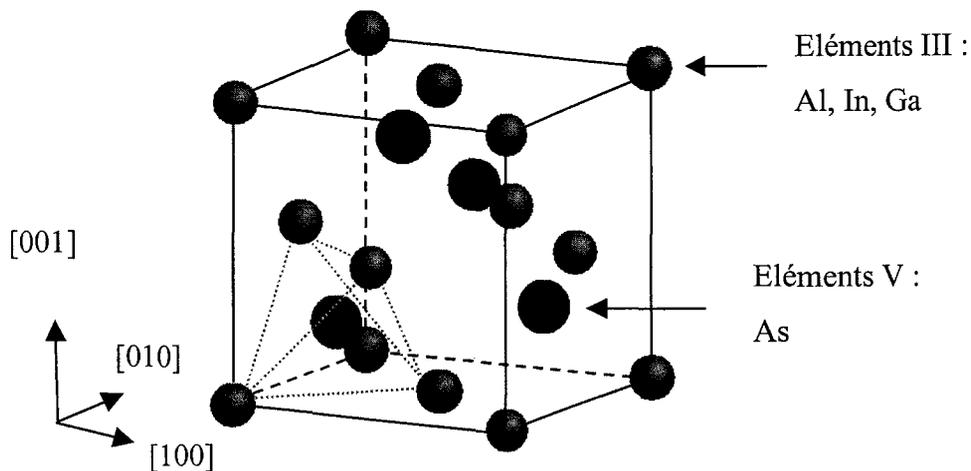


Fig. I-2 : Représentation schématique de la structure sphalérite. [EMS On Line]

Les liaisons entre atomes A et B sont des combinaisons d'orbitales sp^3 mais ne sont pas purement covalentes (contrairement au cas de la structure diamant dans laquelle cristallise le silicium ou le germanium). En effet, la différence d'affinité entre les atomes III et les atomes V confère également à la liaison un caractère partiellement ionique (voir tableau I-1).

Cristal	Structure	a (Å) à 300K	Ionicité	Gap (eV)	T fusion (°C)
GaAs	Sphalérite	5,6535	0,31	1,43	1238
AlAs	Sphalérite	5,6605	0,274	2,16	1740
InAs	Sphalérite	6,0585	0,421	1,35	1070
InP	Sphalérite	5,8688	0,357	0,36	943
Si	Diamant	5,4309	0	1,12	1410
Ge	Diamant	5,6575	0	0,66	937

Tableau I-1 : Caractéristiques physiques de composés III-V

La structure qui a pour groupe d'espace $F\bar{4}3m$ est non centrosymétrique. L'absence de centre de symétrie résulte de la non-équivalence des directions $\langle 111 \rangle$ et $\bar{\langle 111 \rangle}$.

1.2. Contraintes et dislocations dans les hétérostructures III-V.

Les propriétés électroniques d'une hétérostructure dépendent de l'état de contrainte de celle-ci (les structures de bandes sont modifiées). De plus, l'apparition de dislocations de désadaptation de réseau va rapidement dégrader le composant [Petroff1973].

Ces contraintes ont deux origines :

- la désadaptation de paramètres de maille qui existe entre la couche épitaxiée et le substrat pour des compositions non adaptées (figure I-1). Par convention, on appelle f le taux de désadaptation de paramètre défini par :

$$f = \frac{\Delta a}{a} = \frac{a_c - a_s}{a_s} \quad \text{Equation I-1}$$

où a_c et a_s sont respectivement les paramètres de maille de la couche et du substrat.

- les contraintes d'origine thermique. Elles proviennent de la différence des coefficients de dilatation de la couche épitaxiée et du substrat. Lors du refroidissement de la structure après la croissance, cette différence engendre systématiquement un désaccord de paramètres de maille.

I.2.a Pseudomorphisme et métamorphisme

Lors de la croissance, le substrat, plus épais que la couche, va imposer son paramètre de maille dans le plan de l'interface. Si la désadaptation de paramètre f n'est pas trop grande, la relaxation des contraintes est purement élastique. L'interface entre le substrat et la couche épitaxiée reste cohérente. Une déformation élastique tétragonale (quadratique) apparaît alors (Fig I-3a). La maille est définie par un paramètre a_s dans le plan (001) de base et un paramètre $a_c^\perp \neq a_c$ différent dans la direction de croissance. La croissance est dite **pseudomorphe**.

L'énergie emmagasinée dans la couche épitaxiée, dépendante du taux de désadaptation de paramètres, va croître proportionnellement à l'épaisseur déposée. Par unité de surface, elle est définie par :

$$E_e = [E/(1-\nu)] \cdot \epsilon_0^2 \cdot h \quad \text{Equation I-2}$$

où E et ν sont respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson du matériau épitaxié. ϵ_0 est la déformation élastique de la couche définie avec les notations de la figure I-3, par :

$$\epsilon_0 = a_s/a_c - 1 \quad \text{Equation I-3}$$

Lorsqu'elle atteint un seuil critique, une relaxation plastique apparaît afin de diminuer cette énergie. Cette relaxation se manifeste par l'apparition de dislocations de désadaptation de réseau (DDR) dans le plan de l'interface. L'épaisseur à laquelle apparaît la relaxation plastique est d'autant plus petite que la désadaptation de paramètre est grande.

Dans ce cas, le désaccord de paramètre va être relaxé par la somme d'une déformation élastique résiduelle, ϵ , et d'une déformation plastique, δ , liée aux dislocations :

$$\epsilon_0 = \epsilon + \delta \quad \text{Equation I-4}$$

où δ est la proportion de désaccord compensée par les DDR, avec $\delta = \rho b_i$, où ρ est la densité de dislocations et b_i la composante du vecteur de Burgers efficace pour relaxer la contrainte.

La maille reste tétragonale, voire orthorhombique si les densités de dislocations ne sont pas équivalentes dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ du plan.

Lorsque la densité de dislocations est suffisante pour compenser totalement le désaccord de paramètre, la relaxation devient totale et la maille de la couche épitaxiée est de nouveau cubique (Fig I-3b), non-contrainte. La croissance est alors dite **métamorphe**.

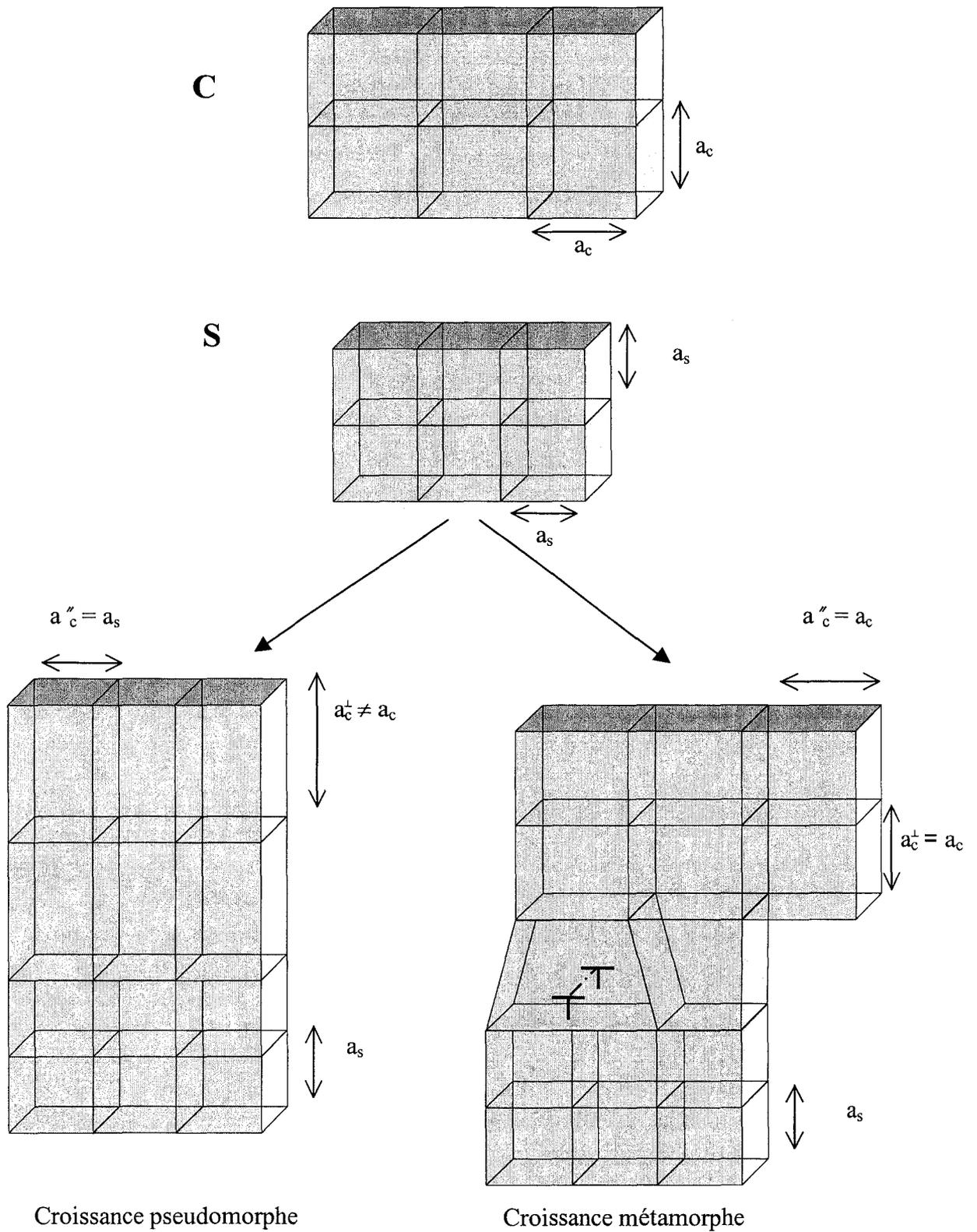


Fig. I-3 : Différentes situations correspondant à la croissance d'un matériau C (couche) sur un matériau S (substrat) épais désadapté en paramètre de maille.

I.2.b Dislocations dans les hétérostructures.

La croissance d'un matériau désadapté en paramètre de maille par rapport à son substrat engendre d'importantes contraintes (2,2 GPa. par exemple pour un alliage InAlAs avec une composition en indium de 33%). L'épaisseur du substrat (~400 μ m) étant très supérieure à celle de la couche épitaxiée, c'est cette dernière qui accommode la désadaptation. Nous avons déjà vu que pour de faibles épaisseurs ou de faibles désaccords de paramètres, l'accommodation est purement élastique. Lorsque l'épaisseur croît, la relaxation n'est plus seulement élastique mais aussi plastique. On appelle épaisseur critique l'épaisseur de la couche à laquelle apparaissent à l'interface substrat-couche des dislocations de désadaptation de réseau.

Pour les matériaux très désadaptés ($f > 2\%$), l'introduction de dislocations aux interfaces n'est pas le mécanisme de relaxation le plus énergétiquement favorable. En effet, dans ce cas, la croissance ne reste pas longtemps bidimensionnelle (plans atomiques par plans atomiques) mais devient rugueuse (formation d'îlots) [Grihlé1993]. Les lieux de coalescence des îlots sont des zones de fortes concentrations de contraintes pouvant faciliter la nucléation de dislocations [Androussi1995]

Les différents types de dislocations présentes dans les couches épitaxiées III-V.

Deux sortes de dislocations sont observées dans les couches épitaxiées III-V:

- des segments de dislocations de désadaptation de réseau ou « de misfit » qui apparaissent au-delà d'une épaisseur critique. Les dislocations de désadaptation de réseau sont localisées à une interface de croissance.
- des segments émergents qui traversent les couches de part en part. Ces segments peuvent provenir de dislocations préexistantes dans le substrat ou bien d'interactions entre dislocations parfaites de type 60° [Putero1999] dont nous donnons les caractéristiques ci-après.

La composante du vecteur de Burgers efficace pour la relaxation des contraintes est donnée par la projection dans le plan de croissance de la composante coin de son vecteur de Burgers. Une dislocation vis ne relaxe donc pas. Les deux seuls types de dislocations parfaites qui relaxent la contrainte de désadaptation sont les dislocations à 60° et les dislocations coins

de Lomer. Elles possèdent un vecteur de Burgers de type $a/2 \langle 101 \rangle$. Les dislocations de Lomer sont sessiles et leur apparition dans le plan de l'interface résulte de l'interaction dans ce plan de deux dislocations perpendiculaires [Bouillet1993]. Sessiles, elles peuvent servir d'ancrage pour le fonctionnement de sources dans les plans $\{111\}$.

Dans les structures covalentes, les forces de frottement de réseau subies par les dislocations sont très importantes. C'est pourquoi les dislocations s'alignent suivant les vallées de Peierls, parallèles aux directions $\langle 110 \rangle$ du réseau. Une fois générée, une dislocation à 60° glisse dans un plan $\{111\}$ sous l'effet de la force de Peach-Koehler. A l'interface et dans le substrat la contrainte s'annule. Les dislocations ne se développent donc pas a priori dans le substrat*. Le caractère non centrosymétrique de la structure sphalérite engendre deux types de dislocations à 60° [Alexander1979]. Elles sont notées α et β . Elles se différencient par leur structure de cœur. Dans une couche en compression, les dislocations capables de relaxer la contrainte de désadaptation sont des dislocations α alignées suivant la direction $[1\bar{1}0]$ ou des dislocations β parallèles à $[110]$. La différence de caractère se traduit par une différence de mobilité des dislocations correspondantes [George1987].

Nucléation des dislocations de misfit

La nucléation des dislocations de désadaptation de réseau peut être soit homogène soit hétérogène.

Deux mécanismes de nucléation homogène ont été proposés par Matthews :

- La réplique : ce mécanisme décrit par Matthews [Matthews1974] considère les dislocations préexistantes dans le substrat. Ces dislocations se répliquent dans la couche au cours de la croissance et se courbent dans l'interface sous l'effet de la contrainte (Figure I-4). Lorsqu'elles glissent, elles laissent au niveau de l'interface des dislocations de désadaptation. Néanmoins, les densités de dislocations de misfit observées sont nettement supérieures à celles contenues dans le substrat (10^4 cm^{-2}).

* Ceci n'est pas tout à fait vrai : de nombreux exemples montrent que des sources de dislocations peuvent devenir actives dans le substrat [Herbeaux1991 Legoues1992]. Lorsque les contraintes sont très élevées, une part non négligeable des contraintes à relâcher est redistribuée dans le substrat, au voisinage de l'interface, ce qui permet à ce dernier de récupérer une partie de sa cohérence.

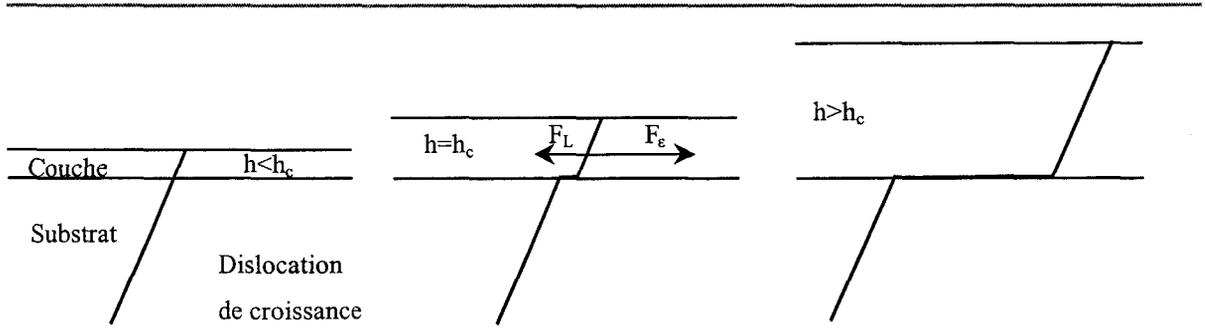


Fig. I-4 : Apparition d’une dislocation de désadaptation de réseau par extension d’une dislocation de croissance du substrat à l’interface selon le modèle de Matthews. h_c est l’épaisseur critique à laquelle une dislocation de désadaptation de réseau apparaît.

- Un second mécanisme de nucléation spontanée a été proposé par Matthews [Matthews1976]. Dans ce mécanisme, la surface libre d’une couche contrainte émet une demi-boucle de dislocations qui va glisser jusqu’à l’interface (Figure I-5). Ce mécanisme de nucléation est peu probable car il nécessite de très fortes contraintes et dans ce cas une relaxation par filots va apparaître [Snyder1991].

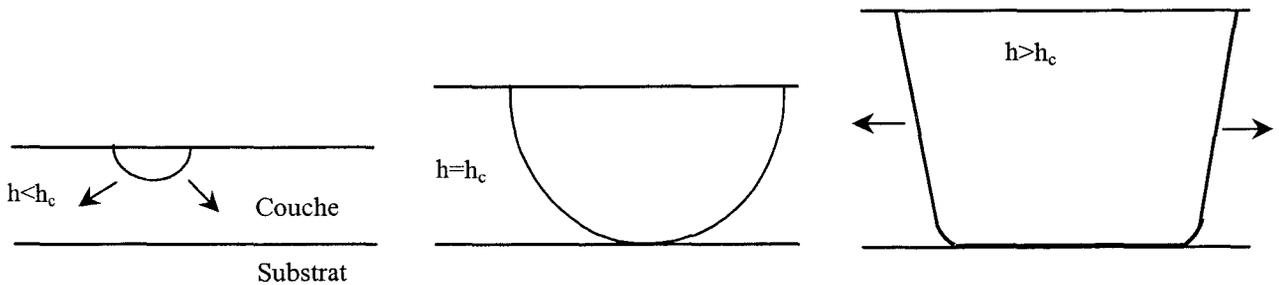


Fig. I-5 : Nucléation homogène d’une demi-boucle à partir de la surface libre de la couche. h_c est l’épaisseur critique à laquelle une dislocation de désadaptation de réseau apparaît.

Puisque le mécanisme de réplique ne peut justifier les densités de DDR observées et que la nucléation spontanée est rare, différents auteurs ont proposé des modèles de nucléation hétérogène dans lesquels les sources sont créées au voisinage de défauts structuraux. Ces sources font par exemple intervenir des variations locales de composition ou de la rugosité de surface [Legoues1996].

I.2.c Modèles d'épaisseur critique

De nombreux modèles ont, dans le passé, cherché à déterminer à quel moment apparaît la relaxation plastique. Dans les modèles d'épaisseur critique dits « statiques », les mécanismes de nucléation des dislocations ne sont pas pris en compte. Le plus ancien modèle a été présenté par Frank et Van Der Merwe [Frank1949]. Il consiste à comparer l'énergie élastique résultant de la désadaptation à l'énergie d'un réseau de dislocations à l'interface de croissance. La relaxation débute lorsque la seconde est inférieure à la première.

Le plus simple et sans doute le plus connu des modèles a été développé par Matthews [Matthews1974]. Il repose sur un équilibre de forces s'exerçant sur les dislocations. Le mécanisme de nucléation de dislocations de misfit, dans le modèle de Matthews, a été décrit au paragraphe précédent. L'épaisseur critique est l'épaisseur nécessaire pour qu'une dislocation répliquée du substrat se curve en laissant à l'interface une dislocation de misfit.

Les forces s'exerçant sur le segment traversant la couche sont (figure I-4):

- la force de Peach-Koehler qui tend à faire glisser la dislocation.

$$F_{\varepsilon} = \frac{2\mu_c(1+\nu)}{(1-\nu)} \cos(\lambda) \cdot b\varepsilon_0 h \quad \text{Equation I-5}$$

b est le module du vecteur de Burgers, λ est l'angle entre la direction de glissement et la direction du plan d'interface, ε_0 est la déformation totale due au désaccord de paramètre de maille et h est l'épaisseur de la couche. μ_c est le module de cisaillement du matériau de la couche et ν son coefficient de Poisson.

- la tension de ligne qui s'oppose à l'allongement de la dislocation.

$$F_L = \frac{\mu_c b^2}{4\pi(1-\nu)} (1-\nu \cdot \cos^2\theta) \left[\ln\left(\frac{h}{b}\right) + 1 \right] \quad \text{Equation I-6}$$

où θ est l'angle entre le vecteur de Burgers et la ligne de dislocation.

Lorsqu'il y a équilibre entre ces deux forces, la couche a atteint son épaisseur critique h_c . Elle est liée à la désadaptation de paramètre par :

$$h_c = \frac{b(1-\nu \cdot \cos^2\theta)}{8\pi(1+\nu)\cos\lambda \cdot \varepsilon_0} \left[\ln\left(\frac{h_c}{b}\right) + 1 \right] \quad \text{Equation I-7}$$

La figure I-6 donne les valeurs d'épaisseurs critiques calculées pour des couches d'InAlAs déposées sur un substrat GaAs de surface (001). Sur cette figure, l'épaisseur critique est normalisée par la norme du vecteur de Burgers. On voit que d'après ce modèle l'épaisseur

critique pour l'introduction de dislocations vaut moins de $10b$ pour des concentrations en indium supérieures à 30% .

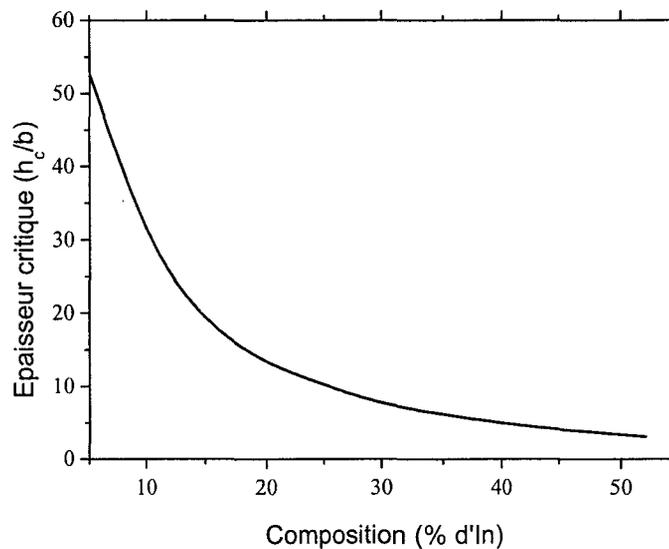


Fig. I-6 : Épaisseurs critiques calculées à partir du modèle de Matthews pour le système $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ lorsque la composition en indium varie de 5% à 52%. L'unité d'épaisseur critique est normalisée par le vecteur de Burgers.

L'allure de cette courbe, et sa vérification expérimentale, ont été très largement commentées dans la littérature. L'écart observé entre les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques données par ce modèle, qui peut atteindre dans certains cas un facteur 10, dépend de plusieurs facteurs, notamment de la température de croissance [Alvarez1992] et de la vitesse de croissance [Gonzales2001].

De manière générale, les épaisseurs critiques mesurées sont supérieures à celles calculées d'après ce modèle (par exemple [Bean1984]). Ceci est dû à la simplicité du modèle. Lorsqu'une couche épitaxiée dépasse l'épaisseur critique théorique sans apparition de dislocations de désadaptation, elle est métastable. En étudiant des couches de SiGe/Si recuites, Houghton et al. [Houghton1990] ont montré que ces couches n'étaient pas en réalité à l'équilibre car les recuits effectués après croissance ont permis d'y développer des dislocations de désadaptation. Les valeurs expérimentales obtenues après recuit étaient par contre en bon accord avec les valeurs calculées par le modèle de Matthews. L'épaisseur critique de Matthews est donc la limite inférieure du début de la relaxation plastique. Cette interprétation n'est plus contestée maintenant.

Les différences observées entre les épaisseurs critiques mesurées et les épaisseurs critiques théoriques proviennent de l'existence de barrières énergétiques à la propagation et à la nucléation des dislocations dont les modèles précédemment cités ne tiennent pas compte. En fait, si on considère de telles barrières d'énergie, les épaisseurs critiques dépendent de la température et du temps. Par exemple, Kui et Jesser [Kui1991] ont effectivement montré que l'épaisseur critique d'apparition des premières dislocations variait avec le temps de recuit de l'hétérostructure InGaAs/GaAs.

Afin de décrire plus précisément les épaisseurs critiques mesurées, des modèles dynamiques ont été proposés :

- Un premier modèle a été développé par Matthews *et al.* [Matthews1970]. Dans ce modèle, la relaxation des contraintes est contrôlée par l'activation thermique du **glissement** des dislocations. La barrière cinétique est ici liée aux vallées de Peierls, la force de friction thermiquement activée résultante s'opposant au déplacement de chaque dislocation. Ce modèle a été étendu par Fox et Jesser [Fox1990] aux défauts qui sont des points d'ancrage pour les dislocations. Dans ces modèles, il n'est à aucun moment fait référence aux processus de nucléation et de multiplication des dislocations. Ils ne s'appliquent qu'aux matériaux possédant un nombre suffisant de sources de dislocations.
- Une autre démarche a consisté à proposer un modèle cinétique où la relaxation est contrôlée par la **nucléation** et l'extension de segments de dislocations de désadaptation de réseau [Houghon1991]. Ce modèle est basé sur des mesures expérimentales dans des couches SiGe/Si recuites à des températures comprises entre 450°C et 900°C après croissance. Ce modèle ne considère aucun processus de multiplication ni d'interaction. Il ne peut pas s'appliquer en toute rigueur aux couches présentant de fortes densités de dislocations.
- Certains auteurs ont choisi de considérer la **vitesse** et la **multiplication** des dislocations comme facteurs limitant la relaxation [Dodson1987]. L'inconvénient majeur de ces modèles est l'impossibilité de fournir des prévisions quantitatives puisqu'ils utilisent des paramètres ajustables qui peuvent être modifiés pour interpréter les résultats expérimentaux ! De plus, ces modèles ne tiennent pas compte de la cinétique de nucléation ni des effets des interactions entre défauts. Des modèles plus phénoménologiques ont été proposés pour inclure les effets de **nucléation**, de

propagation et d'**interaction** [Hull1989]. Ils ont été établis sans tenir compte des effets de multiplication des dislocations de désadaptation de réseau. D'un autre côté, certains auteurs ont cherché à établir une loi d'évolution théorique de la relaxation en fonction du temps pendant les expériences de recuit [Perovic1995]. Trois stades ont été identifiés, dans l'ordre le processus de **nucléation** qui est le processus dominant, puis les phénomènes de **multiplication** et enfin les processus d'**interactions** des dislocations de désadaptation de réseau. Chaque stade de la relaxation est caractérisé par une énergie d'activation propre et nécessite une description particulière.

Ainsi, chaque modèle décrit un stade particulier de la relaxation, un mécanisme particulier, voire un matériau particulier. La prise en compte des différents phénomènes liés à la nucléation, au glissement, à la multiplication et aux interactions des dislocations de désadaptation de réseau est complexe, si bien que chaque modèle est restreint à certains mécanismes seulement. Aucun modèle existant n'est donc pleinement satisfaisant.

II. Le Transistor HEMT : description et applications.

II.1. Principe de fonctionnement du HEMT.

Le transistor HEMT (High Electron Mobility Transistor) est apparu en 1980 [Fujitsu1980], [Thomson1980]. Il est parfois appelé MODFET (Modulation Doped Field Effect Transistor) ou par le terme générique HFET (Heterojonction Field Effect Transistor). Ce dernier terme est très largement utilisé au Japon car Fujitsu a déposé le nom « HEMT ».

Le principe de fonctionnement du HEMT est basé sur la modulation de la conductance entre deux contacts ohmiques appelés « Source » et « Drain » par l'action électrostatique d'une électrode de commande appelée « Grille ». En ce sens, le HEMT n'est rien d'autre qu'un transistor à effet de champ à hétérojonction : la grille est constituée d'un contact redresseur entre un métal et le semiconducteur (contact Schottky). La variation de la conductance est proportionnelle au nombre de porteurs libres dans le canal, c'est-à-dire au courant entre la source et le drain. C'est l'amplification transistor qui permet la transformation d'un signal faible appliqué à la grille en un signal plus fort récupéré sur le drain.

La structure d'un HEMT est composée de trois matériaux différents : un substrat, un matériau à grand gap et un matériau à petit gap. La figure I-7 en donne une représentation.

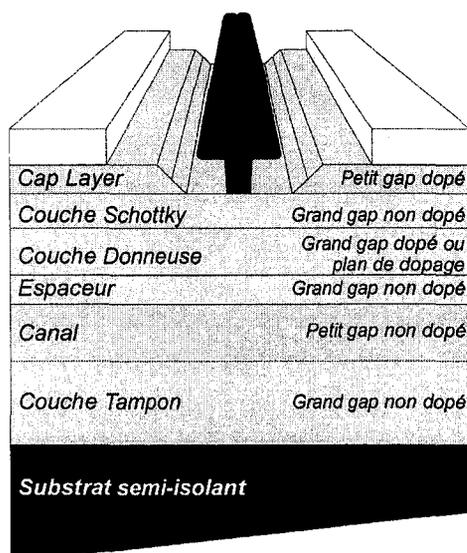


Fig. I-7 : La structure d'un transistor HEMT. [Chevalier1998]

La couche superficielle, encore appelée couche contact ou « **Cap Layer** », est constituée d'un matériau à petit gap afin de réaliser les contacts ohmiques de source et de drain. De plus, un fort dopage permet une diminution des résistances de contact.

La couche de matériau de grande largeur de bande interdite, dopée, va fournir à la structure les électrons libres. Ce dopage est réalisé par un plan de dopage silicium (δ -doped).

L'**espaceur** est constitué par un matériau à grand gap non intentionnellement dopé (nid). Cette couche, en séparant les atomes donneurs des électrons dans le canal, permet de réduire les interactions électrons-impuretés et donc d'augmenter la mobilité électronique.

Le **canal**, couche de matériau à petit gap non dopé, reçoit le gaz bidimensionnel d'électrons. C'est cette couche qui déterminera les performances du transistor en terme de transport.

Le substrat semi-isolant est un matériau binaire (GaAs ou InP).

Enfin, entre le substrat et le canal est intercalée une **couche tampon appelée buffer**. Composée d'un matériau à grand gap non dopé, elle permet d'améliorer le confinement des électrons dans le canal. Elle a aussi pour but d'obtenir un matériau dont la bonne qualité cristalline est nécessaire à la croissance des autres couches. C'est cette couche que nous avons étudiée plus particulièrement au cours de ce travail.

La juxtaposition d'un matériau à grand gap et d'un matériau à petit gap implique une discontinuité de bande de conduction à l'interface entre les deux matériaux. Le matériau à grand gap étant dopé, il en résulte un transfert des électrons de la couche donneur vers le canal (fig. I-8). Le profil électrique de charges ainsi créé définit la courbure des bandes de part et d'autre de la jonction et fait apparaître un puits de potentiel triangulaire dans le canal. Lorsque la largeur du puits est suffisamment petite, des effets quantiques apparaissent. Ils se traduisent par la quantification des états d'énergie électronique et donc par le confinement des électrons dans un plan parallèle aux interfaces. L'accumulation des électrons dans ce puits constitue le gaz bidimensionnel d'électrons.

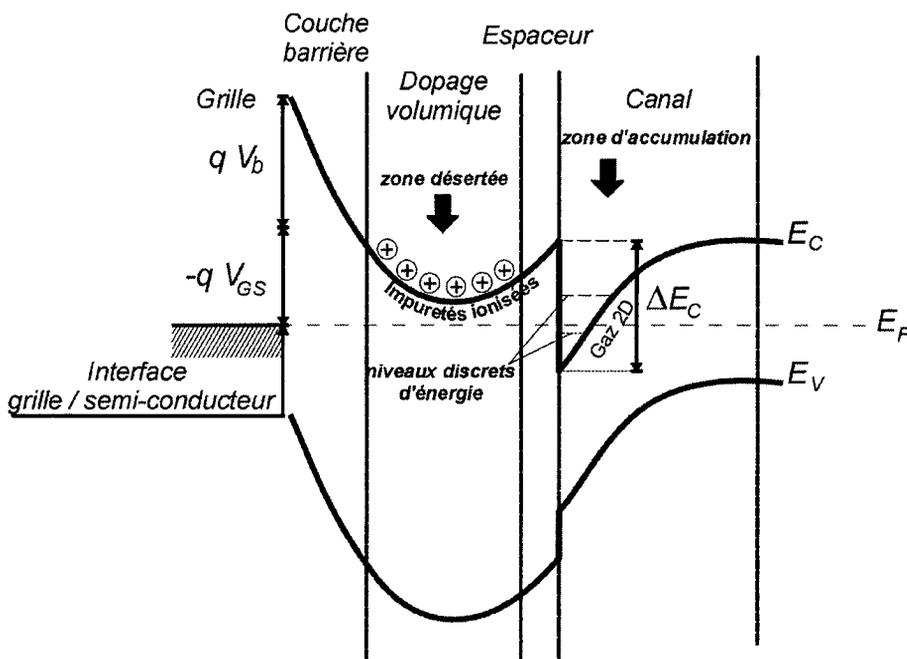


Fig. I-8 : Structure de bande d'une hétérojonction.

L'intérêt de l'hétérojonction réside dans le fait qu'elle permet une séparation des électrons des atomes donneurs, lesquels peuvent alors atteindre des mobilités importantes. Les performances fréquentielles des HEMTs sont liées essentiellement au temps de transit entre la source et le drain. Cela implique deux choses : réduire les dimensions du composant et utiliser des matériaux avec des mobilités élevées.

II.2. Les différents HEMTs sur GaAs et InP.

Les premiers HEMTs étaient constitués d'un canal GaAs. Aujourd'hui, le canal est une couche de InGaAs, ce qui permet de profiter des meilleures propriétés de transport de ce

composé par rapport à GaAs. En effet, un calcul des mobilités dans le canal montre une amélioration sensible de celles-ci avec l'augmentation de la composition en Indium [Bollaert2000]. Les résultats sont repris sur la figure I-9.

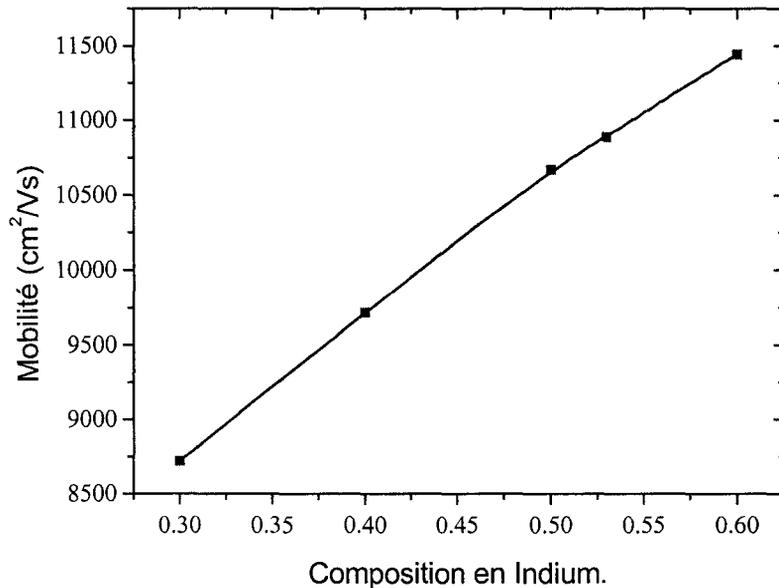


Fig. I-9 : Influence de la composition en Indium sur la mobilité des électrons. D'après [Bollaert2000]

A partir de ce constat, trois types de HEMTs ont été proposés. Leurs dénominations dépendent du substrat employé (GaAs, InP) et de l'état de contrainte du canal.

II.2.a Les HEMTs pseudomorphiques [Cordier1991].

Il s'agit d'un composant basé sur l'hétérostructure AlGaAs/InGaAs sur un substrat GaAs (figure I-10a). Le composé InGaAs ne possède pas le même paramètre de maille que le substrat GaAs quelles que soient les compositions en indium (Fig. I-1). Le canal est donc contraint (pseudomorphe). La réalisation de HEMTs sans relaxation plastique impose cependant des compositions en indium limitées à 30% car au-delà de cette valeur, l'épaisseur critique devient inférieure aux dimensions standards du canal.

II.2.b La filière adaptée en paramètre de maille sur InP [Chevalier1998].

La croissance d'un HEMT à canal $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$ et barrières de confinement $\text{In}_{0.52}\text{Al}_{0.48}\text{As}$ sur InP est le cas de figure le plus favorable car tous les matériaux épitaxiés sont

en accord de maille (figure I-1). Lorsque la composition en indium est supérieure à 53%, le canal est de nouveau contraint : c'est un HEMT pseudomorphique sur InP (Figure I-10b).

Des HEMTs adaptés en paramètre de maille sur InP présentent des records en termes de fréquences de travail et de coupure [Takamiya1995] [Mathew2001].

Le problème de ces composants est lié à l'utilisation du substrat InP. La réalisation de composants sur substrats InP présente un coût supérieur à la réalisation de composants sur substrats GaAs. Ceci est dû au coût de fabrication des substrats et à la limitation de leur taille (4'' pour les substrats InP contre 6'' pour les substrats GaAs). De plus, le substrat InP est plus fragile. Pour ces raisons, une troisième filière s'est développée : la filière métamorphique.

II.2.c La filière métamorphique [Win1993].

Afin d'éviter l'utilisation du substrat InP, fragile et cher, et dans le but avoué de substituer à la filière InP la filière GaAs, plus mature et moins coûteuse, une autre approche a été proposée : la filière métamorphique. Elle est actuellement la plus simple et la plus prometteuse pour remplacer commercialement les transistors pseudomorphiques sur GaAs pour circuits intégrés monolithiques en ondes millimétriques (MMIC), à savoir la réalisation de différents composants sur un même substrat. Nous développons ci-dessous les caractéristiques de cette filière.

<u>HEMT pseudomorphique</u> (substrat GaAs)	<u>HEMT adapté en maille</u> (substrat InP)	<u>HEMT métamorphique</u> (substrat GaAs)
n ⁺ GaAs (Cap)	n ⁺ InGaAs (Cap)	n ⁺ InGaAs (Cap)
AlGaAs δ-doped	InAlAs δ-doped	InAlAs δ-doped
Canal In _x Ga _{1-x} As	Canal In _x Ga _{1-x} As	Canal In _x Ga _{1-x} As
Buffer GaAs	Buffer InAlAs	Buffer InAlAs graduel métamorphique
Substrat GaAs	Substrat InP	Substrat GaAs

Composition en indium dans le canal : $0,15 < x < 0,3$	Composition en indium : $X = 0,53$	Composition en indium : $0,2 < x < 0,8$
---	---------------------------------------	--

Fig. I-10 : Les différentes filières HEMT.

II.3. Le HEMT métamorphique

Le principe de cette filière consiste à insérer entre le substrat GaAs et les couches actives In_yAl_{1-y}As/In_xGa_{1-x}As du transistor une couche tampon métamorphique (Fig I-10c). Cette couche permet, par génération de dislocations, de passer du paramètre de maille du substrat au paramètre de maille des couches actives tout en conservant une bonne qualité cristalline des couches actives.

II.3.a La composition en indium : un degré de liberté supplémentaire

Outre l'intérêt d'utiliser un substrat GaAs, la filière métamorphique permet la croissance de couches en principe non contraintes avec une très large gamme de compositions en indium. En pratique des compositions allant de 33% à 60% sont utilisées en fonction des propriétés électroniques recherchées [Cappy1999]. Deux effets opposés apparaissent dans l'hétérostructure InAlAs/InGaAs non contrainte lorsque la composition en indium augmente :

1. la densité de porteurs décroît à cause de la diminution de la discontinuité de bande de conduction, réduisant ainsi l'efficacité du transfert électronique.
2. la mobilité électronique dans le canal augmente à cause de la décroissance de la masse effective [Win1994].

Trois gammes de compositions apparaissent alors intéressantes [Bollaert2001]:

- 33% pour des applications de puissance à cause de la grande discontinuité de bande de conduction.
- 52%-60% pour des applications en faible bruit, tirant avantage de l'augmentation des mobilités dans le canal.
- 40% qui représenterait un optimum entre les deux gammes précédentes (cf. ci-dessus).

II.3.b Le matériau métamorphique.

La principale difficulté d'obtention d'un matériau parfaitement métamorphique réside dans la réalisation de la couche tampon. Le rôle de cette couche tampon est triple :

- relaxer les fortes contraintes de désadaptation de paramètres à l'aide des dislocations de désadaptation de réseau.
- éviter la propagation de dislocations émergentes.
- assurer une bonne isolation électrique pour l'utilisation du composant en hyperfréquences.

De nombreuses structures de couches tampon ont été proposées dans la littérature :

1. des couches tampon constituées d'une couche épaisse ($\geq 1\mu\text{m}$) de composition constante égale à la composition visée (couche plateau). Ces structures montrent en général une contrainte résiduelle importante, la relaxation étant limitée aux alentours de 85% [Krishnamoorthy1992]. Par ailleurs, de nombreuses dislocations émergentes sont toujours visibles. Un exemple représentatif de ce type de structure est l'association du composé GaAs sur Si. Une telle association a montré ses limites en terme de densité de dislocations émergentes [Yamaguchi1991] et de seuil minimum de contraintes résiduelles qui n'a jamais pu être amené à zéro par l'emploi d'un quelconque buffer [Kawanami2001]. Ceci est associé en outre à une forte contrainte due à la différence de coefficient de d'expansion thermique entre ces deux matériaux [Tachikawa1990].
2. des couches tampon présentant des profils graduels de composition, continus ou en marches d'escalier.

De nombreuses formes de couches tampons graduelles ont été proposés. Le premier est la couche graduelle en escalier : elle a donné de bons résultats en terme de relaxation [Goldmann1996] [Gozu2001]. En comparant un profil en escalier avec un profil graduel continu, il a été montré cependant que les profils linéaires permettaient d'obtenir de meilleures propriétés de l'hétérostructure tant au niveau des mobilités que des rugosités [Lord1993] [Haupt1996].

L'optimisation d'une couche tampon à profil de composition graduel continu nécessite l'ajustement de plusieurs paramètres notamment le gradient et la température de croissance [Chui1994]. De nombreuses études ont conclu à l'importance du gradient dans la couche tampon (rampe linéaire, souslinéaire, surlinéaire). Cao *et al.* ont montré que les rampes linéaires sont celles qui présentent les plus faibles densités de défauts en surface [Cao1989]. Romanato *et al.* arrivent à une conclusion différente en montrant qu'un optimum de relaxation et de rugosité de surface est obtenu par l'utilisation de rampes surlinéaires InGaAs [Romanato1999]. Par ailleurs, Goorsky *et al.* améliorent la qualité des couches actives SiGe en diminuant le gradient [Goorsky1994].

Le bilan des différents résultats publiés reste toutefois difficile à établir car les conditions de croissance, voire les matériaux, sont à chaque fois différents.

Les matériaux utilisés pour la réalisation de couches tampons métamorphiques ont été :

- des ternaires InGaAs [Bosachi1997] ou InAlAs [Cordier1998], ce dernier étant un meilleur isolant [Haupt1996] [Zeng2001]. Le buffer InAlAs permet un meilleur confinement optique avec une morphologie comparable à un buffer InGaAs [Katzer2000]
- des alliages quaternaires InGaAlAs présentant des rugosités de surface plus faibles que celles de InAlAs [Hoke2000]. Pour limiter la rugosité tout en conservant le caractère isolant de l'alliage InAlAs, une solution hybride consiste à utiliser des alliages quaternaires contenant une faible proportion de gallium [Lubyshev2001].
- des buffers antimoniures AlGaSb [Boutry2001] ou AlGaAsSb [Béhet1998]

Actuellement la tendance est à l'utilisation de rampes de composition linéaire pour la croissance des couches métamorphiques même si d'autres voies restent ouvertes comme par exemple l'emploi de superréseaux de type SiGe/Si [Rahman2001]

Un profil de composition graduel continu présente un intérêt majeur : il permet, si les paramètres de la croissance sont bien choisis, de maintenir une croissance bi-dimensionnelle. En particulier la température de croissance est un élément essentiel pour obtenir des couches de qualité cristalline satisfaisante [Fitzgerald1997] et notamment pour éviter une croissance par îlots [Bean1984]. C'est pourquoi les couches tampon, essentiellement obtenues par épitaxie par jets moléculaires, sont réalisées à des températures basses ($T=400^{\circ}\text{C}$ pour une couche tampon InAlAs [Valtuna1997]).

II.4. Domaines d'application

Depuis les années 70, le domaine des hyperfréquences en microélectronique s'est beaucoup développé et ce dans de nombreux domaines.

Dans les télécommunications, la réception satellite prend de plus en plus d'essor avec les créations de toiles d'araignées de satellites visant à couvrir l'ensemble de la planète. D'autres applications concernent le GPS (Global Positioning System) et la téléphonie sans fil. Enfin on peut ajouter le domaine des fibres optiques où les systèmes de modulation des lasers voient les fréquences augmenter sans cesse et requièrent des composants microélectroniques aux fréquences de coupure élevées.

On trouve également des applications hyperfréquences dans le **domaine des transports** comme les fonctions de communication et de contrôle. Au niveau des communications, il s'agit de télécommunications à courte distance entre un objet mobile (badge) et une balise. Pour les péages autoroutiers sans arrêt du véhicule, la fréquence retenue est de 5,8GHz [Hills1994]. C'est aussi le cas pour l'ouverture des portes d'automobiles, pour les péages d'accès dans les grandes villes. L'application majeure en ce qui concerne les fonctions de contrôle est sans doute le radar anti-collision. Ce projet a été relancé à travers le programme Prometheus, la fréquence utilisée étant de 77 GHz. On voit également émerger des applications dans le domaine de l'imagerie passive en micro-ondes, tels les systèmes d'aide à l'atterrissage fonctionnant à 94 GHz, fréquence à laquelle l'absorption atmosphérique est faible même en présence de pluie ou de brouillard.

Dans le domaine spatial, on trouve des applications dans l'observation de la terre [Cazaux1994] mais également dans l'astrophysique et la radioastronomie [Encrenaz1997].

De nombreuses applications existent enfin dans le **domaine militaire**. Tout d'abord des applications de détection et de guidage. Elles consistent essentiellement en dispositifs de radars au sol et aéroportés, en munitions intelligentes (radars à courte portée) et en autodirecteurs de missiles. Les circuits à base d'arséniure de gallium permettent la réalisation des modules actifs émission-réception, principaux constituants de ces radars. Une troisième application concerne les dispositifs de guerre électronique : dispositifs de brouillage par exemple.

Pour toutes ces applications, on trouve à la base le transfert de données dans la gamme des hyperfréquences couvertes par les HEMTs.

III. Bibliographie du chapitre I

[Alexander1979]

H. Alexander, P. Haasen, R. Labusch et W. Schroter
J. Phys. C6 **40** (1979)-Introduction

[Alvarez1992]

J.C. Alvarez, K. Hirano, A. Yu Kazimirov, M.V. Kovalchuk, A. Ya Kreines, N.S. Sokolov et N.L. Yakovlev
Semicond. Sci. Technol. **7**, p. 1431 (1992)

[Androussi1995]

Y. Androussi, A. Lefebvre, C. Delamarre, L.P. Wang, A. Dubon, B. Courdoulès, C. Deparis, J. Massies
Appl. Phys. Lett. **66**(25), p. 3450 (1995)

[Bean1984]

J.C. Bean, L.C. Feldman, A.T. Fiory, S. Nakahara et I.K. Robinson
J. Vac. Sci. Technol. A **2**, p. 436 (1984)

[Behet1998]

M. Behet, K. van der Zanden, G. Borghs et A. Behres
Appl. Phys. Lett. **73**(19), p. 2760 (1998)

[Bollaert2000]

S. Bollaert, Y. Cordier, M. Zaknoune, H. Happy, V. Hoel, S. Lepilliet, D. Théron et A. Cappy
Solid-State Electronics **44**, p1021 (2000)

[Bollaert2001]

S. Bollaert, Y. Cordier, M. Zaknoune, T. Parenty, H. Happy et A. Cappy
Ann. Telecommun. **56**(1-2), p. 15 (2001)

[Bosacchi1997]

A. Bosacchi, A. C. de Riccardis, P. Frigeri, S. Franchi, C. Ferrari, S. Gennari, L. Lazzarini, L. Nasi, G. Salviasi, A.V. Drigo et F. Romanato
J. cryst. Growth **175**, p. 1009 (1997)

[Boutry2001]

H. Boutry
Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de Lille1 (2001)

[Bouillet1993]

C. Ulhaq-Bouillet et A. Lefebvre
Philos. Mag. A **68**, p. 1273 (1993)

[Cao1989]

D.S. Cao *et al.*
J. Appl. Phys. **65**, p.2451 (1989)

[Cappy1999]

A. Cappy, Y. Cordier, S. Bollaert et M. Zaknoune
Compound Semiconductor **5**(8), p. 40 (1999)

[Cazaux1994]

J.-L. Cazaux
Proceedings of the 1994 IEEE GaAs IC Symposium

[Chevalier1998]

P. Chevalier
Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de Lille1, 1998

[Chui1994]

H.C. Chui et J.S. Harris
J. Vac. Sci. Technol. B **12**(2), p. 1019 (1994)

[Cordier1991]

Y. Cordier
Thèse de l'université des Sciences et Technologies de Lille 1, 1991

[Cordier1998]

Y. Cordier, S. Bollaert, J. Di Persio, D. Ferré, S. Trudel, Y. Druelle et A. Cappy
Appl. Surf. Sci. **123**, p.734 (1998)

[Dodson1987]

B.W. Dodson et J.Y. Tsao
Appl. Phys. Lett. **51**, p. 1325 (1987)
Appl. Phys. Lett. **52**, p. 852 (1988)

[EMS On Line]

<http://cimesg1.epfl.ch/CIOL/ems.html>

[Encrenaz1997]

P. Encrenaz et G. Beaudin
10^{ème} Journées Nationales Microondes, Saint-Malo (France), 21-23 Mai 1997, pp. 31-44

[Fijitsu1980]

T. Mimura, S. Hiyamizu, T. Fujii et K. Nambu
Jpn. J. Appl. Phys. **9**(5), p. 225 (1980)

[Fox1990]

B.A. Fox et W.A. Jesser
J. Appl. Phys. **68**, 2801 (1990)

[Franck1949]

F.C. Franck et J.H. Van der Merwe
Proc. R. soc. London a **198**, p. 205, p. 216 (1949)
Proc. R. soc. London a **200**, p. 125 (1949)

[Fitzgerald1997]

E.A. Fitzgerald et S.B. Samavedam
Thin Solid Films **294**, p. 3 (1997)

[George1987]

A. George et J. Rabier
Revue Phys. Appl. **62**, p. 4413 (1987)

[Goldman1996]

R.S. Goldman, K.L. Kavanagh, H.H. Wieder et S.N. Ehrlich
J. Vac. Sci. Technol. B **14**(42), p. 3035 (1996)

[Gonzales2001]

M.U. Gonzales, Y. Gonzales, L. Gonzales, M. Calleja et J.A. Sanchez-Gil
J. Appl. Phys. **89**(5), p. 2665 (2001)

[Goorsky1994]

M.S. Goorsky, J.W. Eldredge, S.M. Lord et J.S. Harris
J. Vac. Sci. Technol. B **12**(2), p. 1034 (1994)

[Gozu2001]

S.I. Gozu, T. Kita, Y. Sato, S. Yamada et M. Tmizawa
J. Cryst. Growth **227**, p. 155 (2001)

[Grihlé1993]

J. Grihlé
Acta. Metall. Mater. **41**, p. 909 (1993)

[Haupt1996]

M. Haupt, K. Kölher, P. Ganser, S. Emminger, S. Müller et W. Rothmund
Appl. Phys. Lett. **69** (3), p. 412 (1996)

[Herbeaux1991]

C. Herbeaux
Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de Lille1, 1991

[Hills1994]

P. Hills
Proceedings of the 1994 IEEE GaAs IC Symposium, p. 151

[Hoke2000]

-W.E. Hoke, P.S. Lyman, C.S. Whelan, J.J. Mosca, A. Torabi, K.L. Chang et K.C. Hsieh
J. Vac. Sci. Technol. B **18**(3), p. 1638 (2000)
-W.E. Hoke, P.J. Lemonias, J.J. Mosca, P.S. Lyman, A. Torabi, P.F. Marsh, R.A. Mc Taggart, S.M. Lardadal et K. Hetzler
J. Vac. Sci. Technol. B **17**(3), p. 1131 (1999)

[Houghthon1990]

D.C. Houghton, C. J. Gibbings, C. G. Tuppen, M. H. Lyons, et M. A. G. Halliwell
Appl. Phys. Lett. **56**, p. 460 (1990)

[Houghton1991]

D.C. Houghton
J. Appl. Phys. **70**, p.2136 (1991)

[Hull1989]

R. Hull, J.C. Bean et C. Buescher
J. Appl. Phys. **66**, p. 5837 (1989)

[Katzner2000]

D.S. Katzner, W.S. Rabinovitch, K. Ikossi-Anastasiou et G.C. Gilbreath
J. Vac. Sci. Technol. B **18**(3), p. 1609 (2000)
D.S. Katzner, W.S. Rabinovitch et G. Beadie
J. Vac. Sci. Technol. B **18**(3), p. 1614 (2000)

[Kawanami2001]

H. Kawanami
Solar Energy Mat. & Solar cells **66**, p. 479 (2001)

[Krishnamoorthy1992]

V. Krishnamoorthy Y. W. Lin, L. Calhoun, H. L. Liu, et R. M. Park
Appl. Phys. Lett. **61**, p. 2680 (1992)

[Kui1991]

J. Kui et W. A. Jesser
J. Electron. Mater. **20**, p. 827 (1991)

[Legoues1992]

F.K. Legoues, B.S. Meyerson, J.F. Morara et P.D. Kirchner
J. Appl. Phys. **71**, p.4230 (1992)

[Legoues1996]

F.K. Legoues
M.R.S. Bulletin **21**(4), p. 38 (1996)

[Lord1993]

S.M. Lord, B. Pezshki, S.D. Kim et J.S. Harris
J. Cryst. Growth **127**, p759 (1993)

[Lubyshev2001]

D. Lubyshev, *et al.*
J. Vac. Sci. Technol. B **19**(4), p. 1510 (2001)

[Mathew2001]

Mathew *et al.*
30th international Conference on Indium Phosphide and Related Materials Nara, Japon 14-18 mai 2001

[Mathews1970]

J.W. Mathews, S. Mader et T.B. Light
J. appl. Phys. **41**, p. 3800 (1970)

[Matthews1974]

J.W. Mathews et A.E. Blakeslee
J. Cryst. Growth **27**, p. 118 (1974)

[Matthews1976]

J.W. Mathews, A.E. Blakeslee et S. Mader
Thin Solid films **33**, p. 253 (1976)

[Petroff1973]

P.M. Petroff et R.L. Hartman
Appl. Phys. Lett. **23**, p. 469 (1973)

[Perovic1995]

D.D. Perovic et D.C. Houghton
Inst. Phys. Conf. Ser. n°146, MSM Conf. Oxford, p. 117 (1995)

[Putero1999]

M. Putero
Thèse de l'Université de Droit, d'Economie et des Sciences d'Aix-Marseille III, 1999

[Rahman2001]

M.M. Rahman, H. Matada, T. Tambo et C. Tatsuyama
Appl. Surf. Science **175**, p. 6 (2001)

[Romanato1999]

F. Romanato, E. Napolitani, A. Carnera et A. V. Drigo
J. Appl. Phys. **86**(9), p.4748 (1999)

[Snyder1991]

C.W. Snyder, B.G. Orr, D. Kessler et L.M. Sander
Phys. Rev. Lett. **66**, p. 3032 (1991)

[Tachikawa1990]

M. Tachikawa et H. Mori
Appl. Phys. Lett. **56**, p. 2225 (1990)

[Takamiya1995]

S. Takamiya, N. Yoshida, N. Hayafuji, T. Sonoda et S. Mitsui
Solid-State electronic, **38**(9) p1591 (1995)

[Thomson1980]

D. Delagebeaudeuf, P. Delescluse, P. EtienneM. Laviron, J. Chaplart et N.T. Linh
Electronics lett. **16**(17) p. 667 (1980)

[Valtuena1997]

J.F. Valtuena, A. Sacedon, A.L. Alvarez, I. Izpura, F. Calle, E. Calleja, G. MacPherson, P.J. Goodhew,
F.J. Pacheco, R. Garcia et S.I. Molina
J. Cryst. Growth **182**, p. 281 (1997)

[Win1993]

P. Win
Thèse de l'université de Lille 1 (1993)

[Win1994]

P. Win *et al.*
Jpn. J. Appl. Phys.,**33**, p. 177 (1994)

[Yamaguchi1991]

M. Yamaguchi
J. Mater. Res. **6**, p. 376 (1990)

[Zeng2001]

Y. Zeng, X. Cao, L. Cui, M. Kong, L. Pan, B. Wang et Z. Zhu
J. Cryst. Growth **227**, p. 210 (2001)

Chapitre II :

Techniques expérimentales.

I. INTRODUCTION	33
II. L'EPITAXIE PAR JETS MOLECULAIRES	34
II.1. PRINCIPE :	34
II.2. MECANISMES DE CROISSANCE	35
II.2.A Reconstructions de surfaces (001)	36
II.2.B Anisotropie des sites d'incorporation	37
II.2.C Modes de croissance	39
II.3. ELABORATION DES ECHANTILLONS	40
II.3.A Installation MBE	40
II.3.B Procédure expérimentale	42
III. TECHNIQUE DE DOUBLE ET TRIPLE DIFFRACTION DES RAYONS X	45
III.1. DIFFRACTION X EN MODE HAUTE RESOLUTION : GENERALITES	45
III.2. DOUBLE DIFFRACTION DES RAYONS X	47
III.2.A Dispositif expérimental	47
III.2.B Mesure de composition et de relaxation	49
III.2.C Limitations de la technique de double diffraction	54
III.3. TRIPLE DIFFRACTION DES RAYONS X ET CARTOGRAPHIE DE L'ESPACE RECIPROQUE	55
III.3.A Dispositif expérimental	56
III.3.B Cartographie de l'espace réciproque	57
III.3.C Limitation expérimentale de la technique de cartographie	68
IV. BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II	73

I. Introduction

Les échantillons étudiés au cours de ce travail ont été élaborés à l'Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord. La technique de croissance employée est l'épitaxie par jets moléculaires (EJM).

Dans cette étude, nous avons été amenés à considérer l'influence sur la relaxation des contraintes de paramètres tels que la température de croissance ou les flux d'éléments III et V. Il nous apparaît important d'aborder ici les mécanismes qui régissent la croissance des hétérostructures III-V. C'est pourquoi nous présentons brièvement dans ce chapitre le principe de la technique d'élaboration des échantillons.

Puis nous décrivons la technique de la cartographie de réseau réciproque qui nous a permis l'étude des processus de relaxation plastique dans ces échantillons. Nous montrons ici l'intérêt de cette technique par rapport à la double diffraction des rayons X habituellement employée.

Cette étude de diffraction X a été complétée par des techniques d'imagerie permettant de valider certains des résultats obtenus, en particulier la microscopie électronique en transmission (MET). L'un des objectifs visés dans ce travail a été la maîtrise et la compréhension de la rugosité de surface. En effet, la présence d'une rugosité de surface conditionne dans une certaine mesure, et complique, les différentes étapes technologiques de la réalisation du composant (dépôts métalliques, attaques chimiques, masquages, etc...). C'est aussi une indication importante sur la rugosité des interfaces de la couche active du composant, car on sait que toute rugosité limite la mobilité des électrons dans les structures à puits quantiques (gaz d'électrons). La détermination de ce paramètre a été faite par Microscopie à Force Atomique (MFA). Nous ne présentons pas ici ces deux techniques. Elles ont été longuement détaillées dans d'autres ouvrages ([Bouillet1994] pour la MET ou [Ferreiro1999] pour la MFA par exemple).

II. L'Épitaxie par Jets Moléculaires.

Une grande partie de notre étude a concerné la caractérisation d'échantillons dont les conditions de croissance ont été souvent différentes. Ces conditions influencent fortement la relaxation des contraintes et les morphologies de surface. Pour clarifier le texte à ce niveau, il nous semble utile de rappeler ici la technique de croissance par Épitaxie par Jets Moléculaires.

II.1. Principe :

L'épitaxie par jets moléculaires (EJM ou MBE, Molecular Beam Epitaxy) permet la croissance de couches monocristallines sur un substrat tout en contrôlant très précisément les épaisseurs. Cette condition est nécessaire au développement de composants électroniques performants. Cette technique de croissance est basée sur l'interaction entre des flux atomiques ou moléculaires avec la surface d'un substrat.

Gunther [Gunther1958] a été le premier à proposer en 1958 la méthode des trois températures pour la croissance des matériaux III-V. Chaque élément se trouve séparément dans une cellule chauffée. La température T_{III} des éléments III (Al, In, Ga,...) est supérieure à celle du substrat. Elle est telle qu'ils sont évaporés sous forme de flux d'atomes dirigés vers l'échantillon. L'arsenic se sublime sous forme de tétramères As_4 à une température T_V de l'ordre de 200°C. La croissance a lieu à la surface du substrat maintenu à une température T_s avec comme condition :

$$T_V < T_s < T_{III} \quad (II.1)$$

La température des éléments III étant supérieure à celle du substrat, les éléments arrivant à la surface sont adsorbés et diffusent jusqu'au site d'incorporation à une vitesse qui dépend de la température et de l'élément.

En revanche, l'arsenic est évaporé à une température inférieure à celle du substrat. Pour des températures de substrat supérieures à 180°C, il s'incorpore uniquement avec un élément III, assurant ainsi la stœchiométrie du matériau. L'excès d'arsenic est désorbé de la surface.

Dès 1975, Arthur et Cho [Cho1975] ont développé la technique. Ils ont montré que la bonne qualité de la croissance est liée au vide très poussé régnant dans l'enceinte ($P \cong 10^{-10}$

Torr), permettant ainsi de limiter l'incorporation d'impuretés résiduelles dans les couches. L'épitaxie par jets moléculaires à sources solides présente les avantages suivants :

- Comme les vitesses de croissance sont faibles devant les vitesses de diffusion en surface, la croissance bidimensionnelle est favorisée et les épaisseurs sont parfaitement contrôlées. Cela permet la fabrication très précise de structures.
- L'utilisation de températures de croissance modérées limite les diffusions en volume et permet la réalisation de profils de dopage abrupts et d'interfaces de bonne qualité.
- D'un point de vue pratique, l'Épitaxie par Jets Moléculaires présente également l'avantage de disposer d'un moyen d'analyse in-situ de la surface, le RHEED (Reflection High Energy Electron Diffraction), qui permet de suivre la reconstruction de surface et l'évolution de la rugosité en cours de croissance.

II.2. Mécanismes de croissance

La croissance par épitaxie par jets moléculaires n'est pas régie uniquement par la thermodynamique d'une réaction chimique, contrairement à des techniques de croissance telles que l'épitaxie en phase vapeur par la méthode des organométalliques ou par la méthode des hydrures. L'incorporation des atomes arrivant à la surface de l'échantillon se produit en plusieurs étapes (Figure II-1). Ces différents processus sont :

1. la condensation ou l'adsorption de l'atome incident (physisorption). Pendant cette phase, l'énergie de liaison de ces atomes est faible, une fraction sera réévaporée.
2. La deuxième étape est la migration des atomes physisorbés car leur énergie de liaison est faible.
3. Les atomes physisorbés vont former des liaisons chimiques avec la surface, c'est la chimisorption. A cette étape, les énergies de liaison sont plus fortes et la mobilité réduite. Ceci va conduire à l'incorporation de l'atome à la surface.

Les conditions de croissance (température, flux d'arsenic,...) vont influencer fortement les distances parcourues par les atomes d'éléments III. Une capacité à diffuser plus ou moins grande va influencer fortement la qualité de la surface épitaxiée puisque la diffusion est nécessaire pour atteindre des sites d'incorporation de moindre énergie.

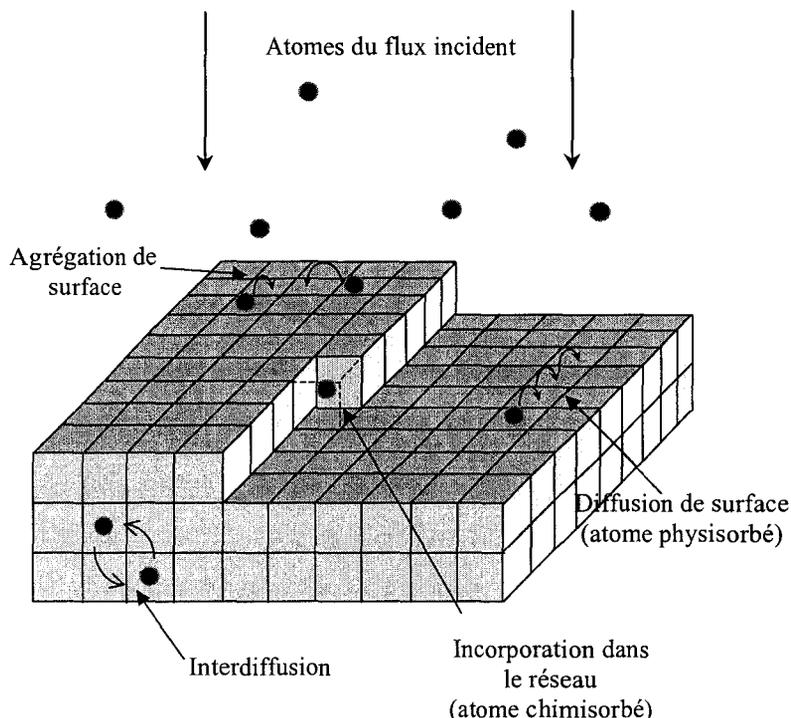


Figure II-1 : Différents types d'interactions entre les atomes incidents et le substrat.

II.2.a Reconstructions de surfaces (001)

La surface du cristal présente des liaisons pendantes. Une des propriétés importantes des semi-conducteurs est la reconstruction de leurs surfaces. Les liaisons pendantes peuvent s'apparier entre elles afin de minimiser l'énergie de la surface et de retrouver la neutralité électrique. Les liaisons vont alors former des dimères. Ces dimères se répartissent sur la surface et s'organisent en motifs périodiques. C'est ce qu'on appelle la reconstruction de surface. Les réarrangements de surface dépendent des quantités d'éléments III ou V présentes en surface. Ils consistent en un rapprochement deux à deux des atomes de la surface pour donner des dimères d'éléments V (cas où la surface est riche en éléments V) ou d'éléments III (surface riche en éléments III).

La reconstruction de surface dépend de la nature de la surface et des conditions de croissance (température de croissance, pression équivalente de flux, contrainte...). Les reconstructions de surface (001) en particulier ont un motif périodique dont les directions principales sont $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$. Ce sont des reconstructions $[n \times m]$ lorsque les périodes du

réseau de surface sont de n et de m fois le motif de base dans les directions $[1\bar{1}0]$ et $[110]$. Ces reconstructions de surfaces sont observées en RHEED [Wood1964].

Dans les conditions standard d'épitaxie, l'arsenic est toujours sublimé en excès par rapport à la stœchiométrie du composé III-V en raison de son faible coefficient de collage. Lors de l'épitaxie, le dernier plan atomique en surface est riche en atomes d'arsenic ; la surface est dite stabilisée As. Les motifs sont de dimensions $(2 \times n)$ allongés suivant $[110]$ contenant plusieurs dimères As. Pashley *et al.* [Pashley1991b] ont montré, en étudiant des surfaces GaAs, qu'une surface stabilisée As présente une configuration stable avec 3 dimères et un dimère manquant. La périodicité suivant $[110]$ est donc de 4 : c'est une reconstruction $[2 \times 4]$ (figure II-2). Lorsqu'il y a un déficit en arsenic en surface il apparaît alors un mode de reconstruction de type $[4 \times 2]$. La surface est alors « stabilisée Ga ». Ces conditions d'épitaxie sont évitées.

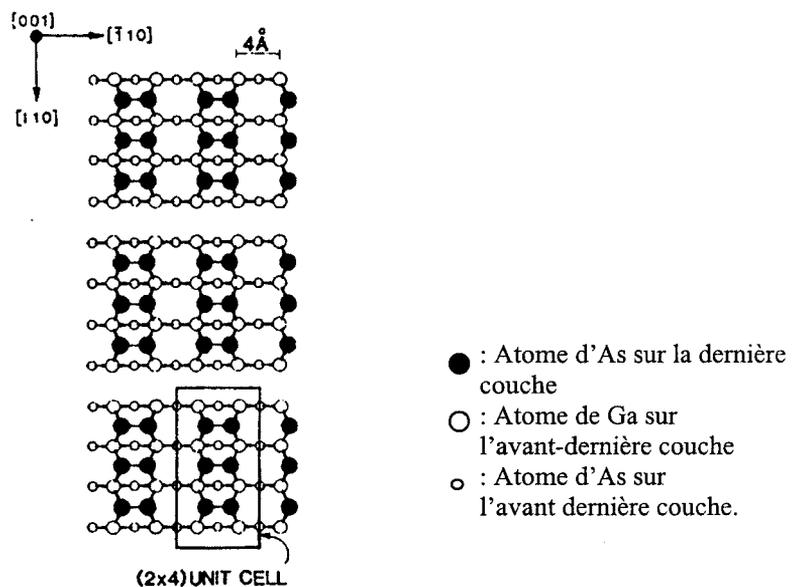


Fig. II-2 : Exemple de motifs de surface reconstruite $[2 \times 4]$ [Pashley1991b]

II.2.b Anisotropie des sites d'incorporation

La reconstruction des surfaces des semi-conducteurs III-V ainsi que leur structure cristalline engendrent une anisotropie dans l'incorporation des atomes [Vilain1994].

Lors de la croissance, une surface est constituée d'îlots bidimensionnels dont les bords sont des sites préférentiels d'incorporation. Les atomes se déplacent à la surface de l'échantillon et

rejoignent les marches formées par les bords des plateaux. Ils se déplacent ensuite le long de ces marches afin d'être incorporés de façon définitive sur un cran.

Selon la nature des éléments (III ou V) présents en bord de marche, l'incorporation s'effectue différemment. A l'échelle microscopique, les deux directions $[110]$ et $[1\bar{1}0]$ ne sont pas équivalentes (Figure II-3). Elles montrent toutes deux des liaisons pendantes perpendiculairement à la direction de la marche, liaisons pendantes présentées par des atomes de nature différente :

- Les marches en surface de type B dont les bords sont orientés suivant $[110]$ présentent des liaisons pendantes d'éléments V dirigées suivant $[1\bar{1}0]$.
- Les marches en surface de type A dont les bords sont orientés suivant $[1\bar{1}0]$ présentent des liaisons pendantes d'éléments III dirigées suivant $[110]$.

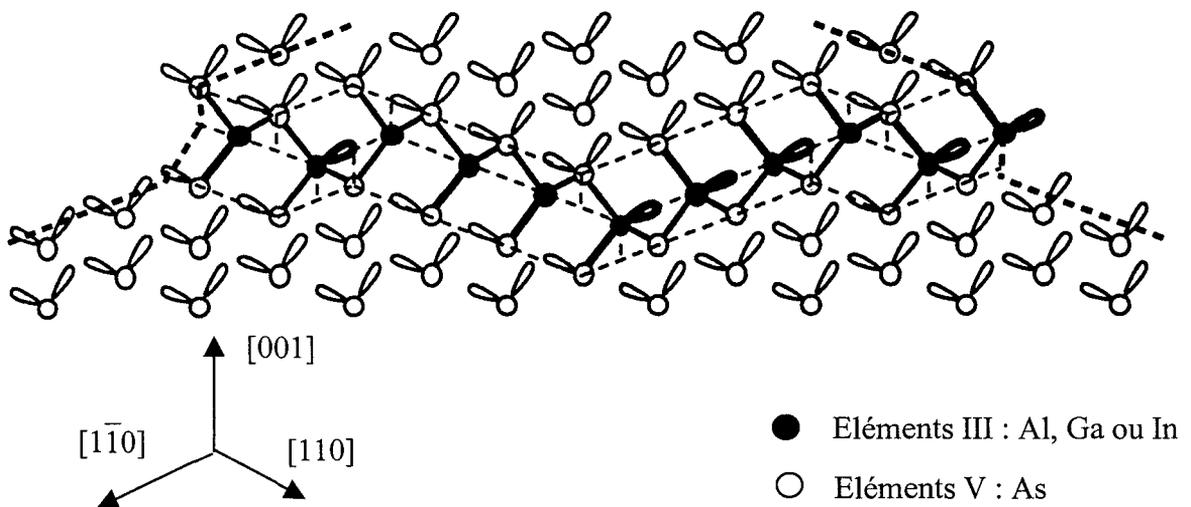


Fig. II-3 : Représentation de l'agencement des atomes suivant le type de marches obtenues.

- Marche de type A : liaisons pendantes d'éléments III et alignées suivant $[1\bar{1}0]$
- Marches de type B : liaisons pendantes d'éléments V et alignées suivant $[110]$.

Cette différence de nature des liaisons pendantes va se traduire par une anisotropie de la rugosité des bords de marches [Pashley1991], [Pashley1992], [Tanaka1992]. Cette anisotropie a été expliquée par Heller *et al.* [Heller1993], par des considérations sur les différences d'énergie de liaison des atomes sur les bords de marches. Ce sont ces différences d'énergie de liaison qui expliqueraient l'étirement de plateaux bidimensionnels dans la

direction $[\bar{1}\bar{1}0]$ [Mo1990a et Mo1990b] plutôt que l'anisotropie de diffusion sur les surfaces planes, interprétation initialement proposée par Ohta *et al.* [Ohta1989].

II.2.c Modes de croissance

La croissance des couches n'est pas forcément bidimensionnelle même si ce mode de croissance est celui qui est le plus souvent recherché. La croissance peut, en effet, être tridimensionnelle selon certaines conditions d'épitaxie. Les modes de croissance observés peuvent être décrits à partir de considérations énergétiques macroscopiques [Kern1978]. Considérons un substrat de surface S et les énergies libres de surface de la couche (γ_c), du substrat (γ_s), et de l'interface (γ_i).

La différence énergétique ΔE entre la couche épitaxiée recouvrant entièrement le substrat et la couche n'en recouvrant que la moitié est donnée par :

$$\Delta E = (\gamma_c + \gamma_s) S - (\gamma_c + \gamma_i + \gamma_s) \frac{S}{2} = (\gamma_c + \gamma_i - \gamma_s) \frac{S}{2} \quad \text{Equation II-1}$$

Le signe de cette différence détermine le mode de croissance :

- **Si ΔE est négatif**, le système minimise son énergie par recouvrement total de la surface du substrat avant dépôt d'une nouvelle couche. C'est le mode de croissance bidimensionnelle de type Frank-Van der Merwe, représenté sur la figure II-4a.
- **Si ΔE est positif**, les atomes auront tendance à se regrouper pour former des îlots tridimensionnels de façon à minimiser la surface de substrat recouverte et minimiser l'énergie totale. C'est le mode de croissance tridimensionnelle de type Volmer-Weber schématisé sur la figure II-4c.
- Lorsque ΔE est faible, le mode de croissance qui apparaît est de type Stranski-Krastanov (figure II-4b). C'est un mélange des deux précédents. Dans ce mode de croissance, le substrat est entièrement recouvert par le film épitaxié, mais il apparaît une forte rugosité lors de la croissance.

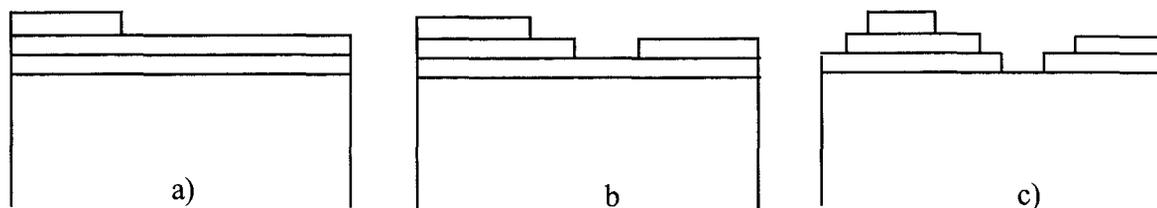


Fig. II-4 : Les trois modes de croissance :

Frank-Van der Merwe en (a) Stranski-Krastanov en (b) et Volmer-Weber en (c)

La frontière entre ces trois modes n'est pas clairement définie. Une simple variation de la température peut faire passer d'un mode de croissance à un autre [Regreny1997].

Remarque : Même dans le mode de croissance Frank-Van der Merwe, il subsiste une compétition entre la croissance des îlots 2D et la nucléation de nouveaux îlots qui engendre une rugosité certes faible mais bien visible et par exemple responsable de l'atténuation des oscillations RHEED et de la rugosité aux interfaces dans le système de référence AlGaAs/GaAs.

II.3. Elaboration des échantillons

II.3.a Installation MBE

Le bâti d'épitaxie sous ultra-vide ayant servi à la croissance des échantillons est le modèle 2300P de Riber, 2 pouces (Figure II-4). Le bâti comporte six cellules d'évaporation :

- Deux cellules d'arsenic
- Une cellule d'indium
- Une cellule de gallium
- Une cellule d'aluminium
- Une cellule réservée aux dopages (silicium).

Le chauffage des cellules permettant le contrôle des flux est assuré par un filament de tungstène disposé autour du creuset en nitrure de bore contenant chaque charge à évaporer. Un termo-couple est placé à proximité du creuset, ce qui permet de réguler la température de la cellule.

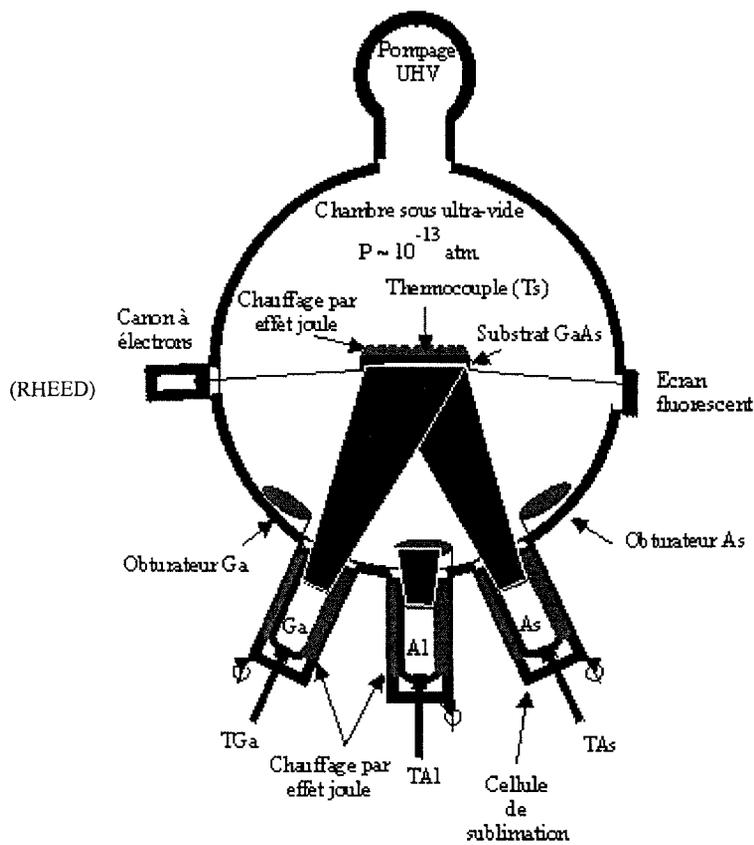


Fig. II-4 : Photographie du bâti et schéma de principe de la chambre. (Images IEMN)

II.3.b Procédure expérimentale

Les couches sont épitaxiées sur des substrats GaAs (001) « prêts à l'emploi ». La première étape consiste en une désoxydation du substrat. Tout d'abord le substrat est chauffé à 200°C sous un vide poussé afin d'éliminer les contaminations de surface avant d'être introduit dans la chambre. Puis une fois dans la chambre, l'oxyde est désorbé en chauffant le substrat à 630°C sous flux d'Arsenic. Afin de rétablir une surface de qualité, 100 nm de GaAs sont épitaxiés à 580°C avant la croissance des structures métamorphiques.

Les structures que nous avons étudiées sont toutes des couches InAlAs à rampes de composition d'épaisseurs différentes. Un accroissement de la composition en indium de la couche est obtenu par une augmentation de la température de la cellule d'indium. Les températures initiale et finale déterminent les compositions initiale et finale de la rampe de composition. Aux temps intermédiaires, la relation entre la composition en indium dans la couche et la température T de consigne de la cellule d'indium n'est pas linéaire. Ceci résulte du fait que les flux d'éléments III émis par les cellules varient avec la température des cellules selon une loi du type $A e^{-\frac{B}{T}}$ (Principe de Knudsen). Soient F_{In} le flux émis par la cellule d'indium et F_{Al} le flux émis par la cellule d'aluminium. Il est facile de voir que la composition en indium de la couche est directement reliée aux coefficients d'évaporation de l'indium et de l'aluminium par :

$$X_{In} = \frac{F_{In}}{F_{In} + F_{Al}} \quad \text{Equation. II-2}$$

La figure II-5 montre l'allure de la variation du taux d'incorporation de l'indium dans les couches lorsque la température de la cellule d'indium suit une rampe choisie linéaire. Trois températures de démarrage ont été choisies, correspondant à trois valeurs différentes de la composition. Il est clair que la rampe de composition est systématiquement sublinéaire dans ces conditions, avec une évolution sensiblement hyperbolique. Dans l'illustration choisie, les compositions finales atteintes sont toutes de 40% en indium correspondant à une température finale de la cellule d'indium de 765°C.

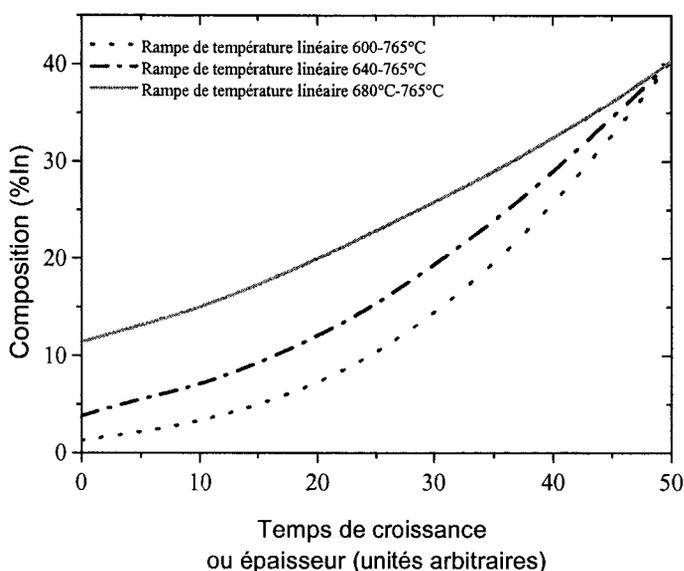


Fig. II-5 : Evolution de la composition dans la couche lorsque la température de la cellule d'indium croît de façon linéaire.

Dans la pratique, pour faire croître une rampe de composition réellement linéaire, il faut accroître la température de la cellule plus rapidement au démarrage de la croissance qu'à la fin. Par exemple, on obtient une rampe quasi linéaire en composition en programmant une évolution de la température de la cellule en fonction du temps de la forme [Y. Cordier, communication privée] :

$$T(t) = T_0 - (T_1 - T_0) \sqrt{\frac{t}{t_{\text{rampe}}}} \quad \text{Equation. II-3}$$

où T_0 et T_1 permettent d'ajuster les compositions au démarrage et en fin de rampe. t_{rampe} est la durée totale de croissance de la rampe. La dépendance en racine carré du temps ne produit des rampes linéaires que dans un domaine restreint de compositions. Par exemple, pour les compositions supérieures à 40%, d'autres facteurs de puissance du temps doivent être utilisés.

A la fin de la croissance de la rampe, une ou des couches de composition constante sont généralement déposées. La composition de ces couches est simplement fixée par la consigne de température imposée lors de la croissance de cette couche. Cette valeur de consigne de température, repérée par étalonnage préalable, représente un optimum pour cette composition.

Chapitre 2 : Techniques expérimentales.

Lors de la croissance de la rampe, la température du substrat (qui est également la température de croissance de la couche) est maintenue constante à 400°C avec une pression équivalente de flux As_4 d'environ $1,2 \times 10^{-5}$ Torr (1 seule cellule d'arsenic en opération).

Lorsque l'on augmente la température du substrat jusqu'à 500°C afin de faire croître les couches actives InGaAs/InAlAs dans les conditions optimales [Valtuenaa1997], la pression équivalente de flux As_4 est portée à 2×10^{-5} Torr à l'aide de deux cellules d'arsenic, pour compenser la tendance à la désorption plus rapide de l'élément V lorsque la température de croissance augmente.

III. Technique de double et triple diffraction des Rayons X

Nous avons caractérisé l'ensemble de nos échantillons par double et triple diffraction des Rayons X. Nous présentons la méthode couramment employée pour déterminer les compositions et l'état de contrainte des couches épitaxiées. Cette méthode fondée sur la double diffraction des rayons X montre une très forte limitation de la technique lorsque l'on veut déterminer les caractéristiques complètes de structures complexes telles que les rampes de composition. Pour pallier les problèmes rencontrés, nous avons utilisé la cartographie de l'espace réciproque en mode triple diffraction des rayons X (X-Ray Reciprocal Space Mapping).

III.1. Diffraction X en mode Haute Résolution : généralités

La diffraction des rayons X en mode Haute Résolution est une technique qui permet de déterminer l'état de contrainte dans un film épitaxié. Elle repose sur la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta_B = n\lambda \quad \text{Equation II-4}$$

où d_{hkl} est la distance interréticulaire, n l'ordre de la diffraction, λ la longueur d'onde du faisceau incident et θ_B l'angle de Bragg.

Le principe de la détermination de l'état de contrainte d'une structure épitaxiée repose sur la mesure des paramètres cristallins de la maille déformée (par la contrainte) de la couche. Dans le cas d'une hétérostructure épitaxiée, les paramètres cristallins ne sont pas mesurés de façon absolue mais par rapport à ceux, connus, du substrat. Afin de connaître précisément les écarts de paramètres, il est nécessaire d'utiliser un dispositif de diffraction ayant un grand degré de sensibilité à la variation du paramètre cristallin.

En différenciant la loi de Bragg, il est facile de voir que les deux termes qui affectent particulièrement cette sensibilité sont la variation de longueurs d'onde et l'angle d'incidence :

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} - \frac{\Delta \theta_B}{\tan \theta_B} \quad \text{Equation II-5}$$

Chapitre 2 : Techniques expérimentales.

Pour accroître la sensibilité de la mesure, il est donc important de :

- limiter la dispersion spectrale du faisceau X incident.
- réduire sa divergence angulaire.

Bartels a donné une échelle de sensibilité avec quelques valeurs caractéristiques [Bartels1983]. Ces valeurs sont données dans le tableau II-1. Elles mettent en évidence la possibilité de pouvoir mesurer par diffraction X des écarts de paramètre de l'ordre de 10^{-5} , à condition de :

- disposer d'une grande précision au niveau du goniomètre (qualité mécanique)
- rendre le faisceau de rayons X parfaitement parallèle
- éliminer l'élargissement dû à la dispersion spectrale.

Sensibilité	Caractéristique de l'expérience de diffraction	
10^{-7}	Monocristal parfait	$\frac{\Delta d}{d} \geq 10^{-7}$
10^{-6}	Dilatation thermique	$\Delta T = 1^\circ\text{C}$
10^{-5}	Largeur intrinsèque de diffraction	$\Delta\theta = 2''$
10^{-4}	Largeur intrinsèque de $\text{Cu}_{k\alpha_1}$	$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = 3.10^{-4}$
10^{-3}	Séparation $\text{Cu}_{k\alpha_1}$ et $\text{Cu}_{k\alpha_2}$	$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = 2,5.10^{-3}$
10^{-2}	Fente de collimation	$\Delta\theta = 0,1^\circ$

Tableau II-1 : Echelle de sensibilité en diffraction des rayons X [Bartels1983]

Le montage de diffraction X utilisé dans notre étude répond à un maximum de ces contraintes.

III.2. Double diffraction des Rayons X

III.2.a Dispositif expérimental

Le diffractomètre utilisé est le modèle M200 de Bede équipé d'un tube à anti-cathode de cuivre à foyer fin. Le schéma de principe du montage est représenté sur la figure II-6.

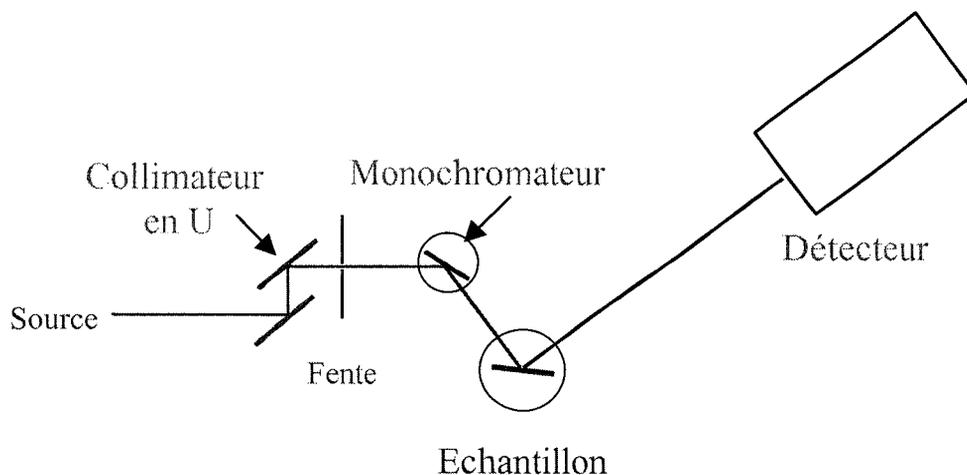


Fig. II-6 : Schéma de principe du montage de double diffraction des rayons X

Ce système est composé d'un collimateur et d'un cristal monochromateur. Leur but est de conditionner le faisceau à la fois en longueur d'onde et en divergence.

Dans le modèle M200 de Bede, la collimation du faisceau est réalisée par un bloc de cristal parfait de silicium dans lequel est découpé un canal en U. Dans ce canal, le nombre de réflexions symétriques de type (220) est de 2, selon une séquence (+n,-n). A la sortie de ce cristal en U, le faisceau X est pratiquement parallèle (divergence angulaire de l'ordre de 6'' d'arc). Il reste cependant dispersif, contenant encore toutes les longueurs d'ondes du faisceau incident. Un deuxième cristal monochromateur, cristal de silicium de surface {111} utilisé en réflexion symétrique, réduit considérablement la dispersion en longueur d'onde. Celle-ci est de l'ordre de 10^{-4} en $\Delta\lambda/\lambda$. Le positionnement en rotation du monochromateur à l'angle de Bragg du silicium est réalisé avec une précision mécanique de l'ordre de 0,5'', ce qui sous-entend une excellente stabilité mécanique du goniomètre porte-monochromateur.

L'échantillon est monté sur l'axe principal du goniomètre. Il peut être positionné exactement à l'angle de Bragg par des déplacements contrôlés par ordinateur (translations et rotations). L'ensemble des rotations est schématisé sur la figure II-8 :

- ω : rotation de l'échantillon autour de l'axe principal du goniomètre (noté axe 2).
- 2θ : rotation du détecteur autour de l'axe 2.

- φ : rotation de l'échantillon autour de l'axe z, perpendiculaire à l'axe 2 et à la platine porte échantillon.
- ψ : rotation de l'échantillon autour de l'axe x dans le plan de la platine porte-échantillon et perpendiculairement à l'axe 2.

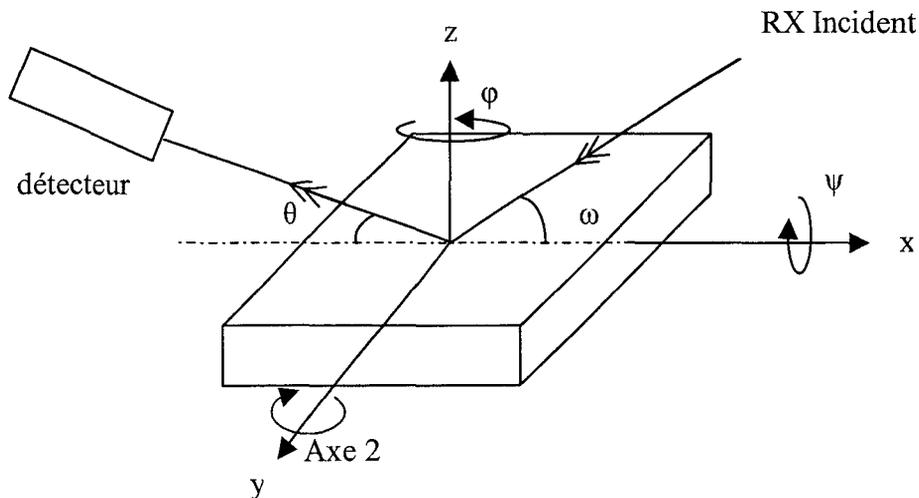


Fig. II-8 : Définition des différents angles par rapport à l'échantillon.
(L'axe 2 est l'axe principal du goniomètre)

Le tableau II-2 rassemble les pas de rotation sur chaque axe. Ces valeurs déterminent la précision mécanique maximale que l'on peut atteindre avec ce système.

Rotation :	Précision mécanique
ω	0,5''
θ	1''
φ	36''
ψ	3,6''

Tableau II-2 : Précision obtenue sur chaque rotation.

Le détecteur EDR (« Enhanced Dynamic Range ») utilisé est un détecteur à scintillation capable de compter linéairement jusqu'à 450000 coups par seconde avec un bruit de fond de 0,15 coups par seconde [Bede].

III.2.b Mesure de composition et de relaxation

Nous détaillons la méthode classique de mesure de la relaxation R et de la composition d'une couche épitaxiée par double diffraction des rayons X.

Lorsqu'une couche est épitaxiée avec un paramètre de maille différent de son substrat, il apparaît un écart angulaire $\Delta\theta$ entre le pic de diffraction du substrat et le pic de diffraction de la couche. La loi de Bragg permet, par simple différentiation et si on se limite à l'ordre 1, de remonter à la différence des paramètres de maille, à partir de la variation relative de distance interréticulaire mesurée perpendiculairement au plan réflecteur (hkl) correspondant :

$$\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{\text{hkl}} = -\frac{\Delta\theta}{\tan \theta_B} \quad \text{Equation II-6}$$

où θ_B est l'angle de Bragg pour la réflexion (hkl).

Lorsque l'écart de paramètre est important (cas des structures fortement contraintes), l'approximation à l'ordre 1 dans la dérivation ne suffit plus et il faut prendre en compte l'ordre 2 lors de la différentiation de l'équation II-4 [Trudel1997] :

$$\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{\text{hkl}} = -\frac{\Delta\theta}{\tan \theta_B} \left(1 - \frac{\Delta\theta}{\theta_B}\right) + \frac{\Delta\theta^2}{2} \quad \text{Equation II-7}$$

La différence de paramètre de maille n'est toutefois pas la seule contribution à l'écart angulaire. Une inclinaison de la direction de croissance de la couche par rapport à la direction [001] du substrat peut aussi l'affecter. Cette rotation du plan moyen des couches, appelée communément tilt, peut avoir différentes origines :

- soit une désorientation du plan moyen $(001)_c$ de la couche induite par les marches laissées à la surface du substrat lorsque la surface a été taillée à un certain angle (généralement petit) par rapport à la surface cristallographique (001) exacte (surface nominale) [Nagai1974] [Auvray1989]
- soit une désorientation induite par des réseaux de dislocations lorsque l'épaisseur de la couche est très au-delà de l'épaisseur critique pour la génération de dislocations (structures fortement contraintes) [Olsen1975]

Ce paramètre, lorsqu'il est important, peut fortement perturber la mesure des compositions et surtout celle des relaxations. Toute la difficulté des mesures de diffraction X sur des couches fortement relaxées réside dans la façon de prendre en compte ce tilt. Une première approche, simplifiée, est de dire qu'en moyennant les effets du tilt, on peut minimiser les erreurs commises.

La première étape est la détermination de la direction et de la norme du tilt.

Pour cela il faut effectuer une précession autour de l'axe z (figure II-8), à savoir un ensemble de plusieurs spectres de diffraction obtenus avec une réflexion symétrique de type (004), en mode $\omega/2\theta$. Ce mode consiste à effectuer une rotation couplée entre l'échantillon et le détecteur, avec un pas du détecteur double de celui de l'échantillon.

L'expérience de précession consiste à enregistrer au moins 4 spectres. L'angle de rotation autour de la normale à la surface est incrémenté de 90° entre chaque spectre (angle φ). La figure II-9 montre le positionnement de l'échantillon sur le porte objet du diffractomètre.

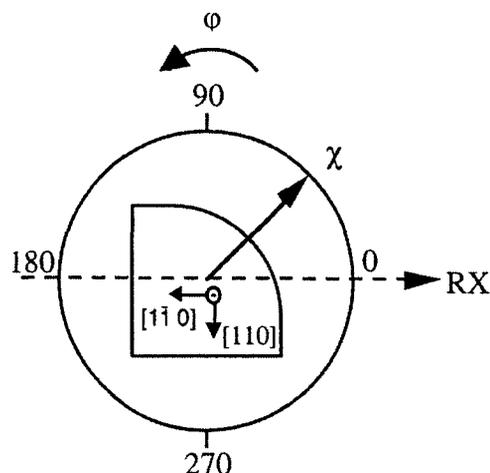


Fig. II-9 : Positionnement de l'échantillon sur le porte objet du diffractomètre (L'axe 2 est vertical et dans le plan de la feuille sur ce dessin –voir figure II-8)

De cette expérience on tire, à l'aide de l'équation II-8 :

- la valeur du tilt
- sa direction

Soit :
$$\Delta\theta = \Delta\theta_{\text{moy}} + \alpha \cos(\varphi - \chi)$$
 Equation II-8

où $\Delta\theta$ est l'écart angulaire mesuré entre la couche et le substrat, α est la valeur du tilt et χ sa direction par rapport à l'axe $[1\bar{1}0]$ (axe 0-180° sur la figure II-9, choisi comme référence).

En réflexion symétrique, la séparation $\Delta\theta$ varie de façon sinusoïdale en fonction de l'angle azimuthal φ , conformément à la forme de l'équation II-8 ([Auvray1989] [Lieberich1990] [Maigné1992]). Dans cette équation, $\Delta\theta_{\text{moy}}$ est la valeur moyenne des séparations angulaires $\Delta\theta$ mesurées en $\varphi=0^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 270^\circ$. Notons que $\Delta\theta - \Delta\theta_{\text{moy}} = \Delta\Phi$ représente la projection du tilt sur les différents axes.

La deuxième étape concerne la détermination des différences relatives des distances interréticulaires $\Delta d/d$.

En réflexion symétrique (004), on mesure la différence $(\Delta a/a)_\perp$ des paramètres de maille suivant la direction [001], direction de la croissance. Cette différence est déduite de la loi de Bragg et est calculée par :

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_\perp = \frac{-\Delta \theta_{\text{moy}}}{\tan \theta_{\text{substrat}}} \left(1 - \frac{\Delta \theta_{\text{moy}}}{\theta_{\text{substrat}}}\right) + \frac{\Delta \theta_{\text{moy}}^2}{2} \quad \text{Equation II-9}$$

L'équation II-9 est obtenue en supposant un faisceau de rayons X parfaitement monochromatique. Cette approximation n'est pas gênante puisque l'effet de la dispersion spectrale consiste en un élargissement des pics de diffraction et que la position angulaire de chaque pic est mesurée en son maximum.

La troisième étape consiste à mesurer les paramètres de maille dans le plan de l'interface. Pour cela nous utilisons une réflexion asymétrique (224). Dans le cas des réflexions asymétriques, les séparations angulaires $\Delta\omega$ des pics de diffraction possèdent deux composantes $\Delta\theta$ et $\Delta\varphi$, soit :

$$\Delta\omega_A = \Delta\theta + \Delta\varphi \quad \text{Equation II-10}$$

$$\Delta\omega_B = \Delta\theta - \Delta\varphi \quad \text{Equation II-11}$$

où θ est l'angle de Bragg et φ l'angle entre le plan réflecteur et la surface de l'échantillon. $\Delta\theta$ et $\Delta\varphi$ sont alors respectivement les différences d'angles de Bragg entre la couche et le substrat, et d'inclinaison entre plans (hkl) correspondants.

Les indices A et B désignent les géométries différentes des réflexions : émergence rasante (A), incidence rasante (B) (cf. figure II-10).

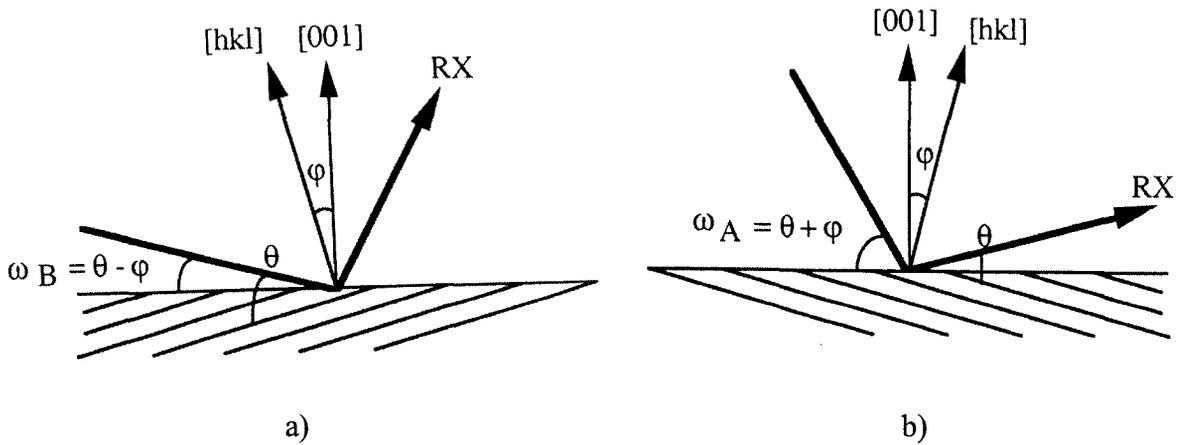


Fig II-10 : Positions relatives des directions des rayons X par rapport à la normale [001] en réflexion asymétrique

a) incidence rasante b) émergence rasante

Les valeurs de $\Delta\theta$ et $\Delta\varphi$ peuvent être déduites des équations II-10 et II-11 pour chacune des directions $\langle 110 \rangle$ du plan de l'interface, soit :

$$\Delta\theta = \frac{\Delta\omega_A + \Delta\omega_B}{2} \quad \text{Equation II-12}$$

$$\Delta\varphi = \frac{\Delta\omega_A - \Delta\omega_B}{2} \quad \text{Equation II-13}$$

A l'aide de l'équation II-12, on obtient en réflexion asymétrique, à l'ordre 2:

$$\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{hkl} = -\frac{\Delta\theta}{\tan\theta_{\text{substrat}}}\left(1 - \frac{\Delta\theta}{\tan\theta_{\text{substrat}}}\right) + \frac{\Delta\theta^2}{2} \quad \text{Equation II-14}$$

La figure II-11 illustre la relation géométrique entre $\Delta d/d$, φ , et le paramètre de maille $a_{//}$ dans le plan de croissance.

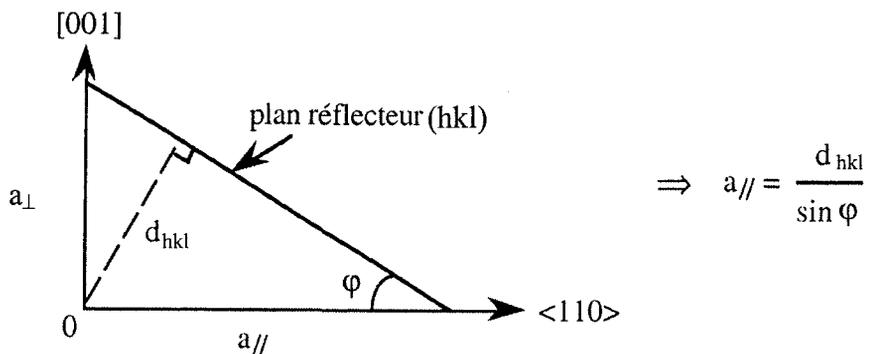


Fig II-11 : Schéma illustrant la relation entre $a_{//}$, d et φ

De cette figure, on déduit :

$$\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{//} = \left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{hkl} - \frac{\Delta\varphi}{\tan\varphi} \quad \text{Equation II-15}$$

où $(\Delta a/a)_{//}$ est l'écart de paramètre de maille dans la direction $\langle 110 \rangle$ considérée.

Il faut cependant être prudent à cette étape. En effet, la différence d'inclinaison entre la couche et le substrat, $(\Delta\varphi)$, n'est pas uniquement liée à la déformation tétragonale due à l'écart de paramètres de maille. Le tilt influence aussi la mesure de l'inclinaison. Estimé en réflexion symétrique, il doit être pris en compte dans la mesure. En effet, $\Delta\varphi$ est de la forme :

$$\Delta\varphi = \gamma + \Delta\Phi$$

où γ est la déformation tétragonale vraie que l'on cherche à estimer. $\Delta\Phi$ est la projection du tilt sur l'axe considéré. Cette valeur a été calculée en réflexion symétrique. D'où la valeur de la déformation tétragonale : $\gamma = \Delta\varphi - \Delta\Phi$. Cette valeur est obtenue en moyennant les valeurs mesurées pour les positions azimuthales 0° - 180° d'une part et 90° - 270° d'autre part.

Ainsi l'équation II-15 devient :

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{//} = \frac{\Delta d}{d_{hkl}} - \frac{\gamma}{\tan\varphi} \quad \text{Equation II-16}$$

Nous pouvons vérifier la cohérence des mesures en calculant :

$$a_{\perp} = \frac{d_{hkl}}{\cos\varphi} \quad \text{Equation II-17}$$

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp} = \frac{\Delta d}{d} + \tan\varphi \cdot \Delta\varphi = \frac{\Delta d}{d} + \gamma \cdot \tan\varphi \quad \text{Equation II-18}$$

et en comparant la valeur obtenue à la valeur $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp}$ déduite de la mesure directe en réflexion symétrique (004).

Après avoir déterminé les paramètres effectifs de la couche épitaxiée, il reste à remonter aux paramètres de la maille non contrainte cubique. En supposant que la maille contrainte est quadratique, il suffit d'appliquer les lois de l'élasticité linéaire pour déterminer la désadaptation relative de paramètre de maille [Bennett1991]:

$$f = \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{Relaxé}} = \frac{(1-\nu)}{1+\nu} \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp} + \frac{\nu}{1+\nu} \left[\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{//,1} + \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{//,2} \right] \quad \text{Equation II-19}$$

où ν est le coefficient de Poisson du matériau de la couche ; il est déterminé par interpolation linéaire des coefficients de Poisson des deux composés binaires constituant le composé ternaire. Les valeurs 1 et 2 se réfèrent aux directions $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$.

Le coefficient de relaxation R de la couche est calculé dans chacune des directions <110> du plan de croissance par :

$$R = \frac{\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{//}}{\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{Relaxé}}} \quad \text{Equation II-20}$$

La composition chimique est alors déduite de $(\Delta a/a)_{\text{relaxé}}$ en supposant qu'elle suit une loi de Végard. Pour le matériau $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$, la composition x est donnée par :

$$x = \frac{a_{\text{GaAs}}(1+f) - a_{\text{AlAs}}}{a_{\text{InAs}} - a_{\text{AlAs}}} \quad \text{Equation II-21}$$

Dans le cas du matériau $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, l'équation II-21 devient [Trudel1997] :

$$x = \frac{\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{Relaxé}}}{0,0708} \quad \text{Equation II-22}$$

III.2.c Limitations de la technique de double diffraction

La technique présentée ici est rapide et simple à mettre en œuvre. Lorsque le tilt influence fortement les positions respectives des pics de diffraction, il faut être en mesure de séparer les effets des rotations de plans de ceux des désadaptations qui sont intégrés dans les profils d'intensité diffractée par les couches. Effectuer une moyenne comme expliqué ci-dessus permet de limiter les erreurs, mais pas de les annuler.

Une limitation beaucoup plus importante apparaît lorsque les hétérostructures sont complexes. C'est précisément le cas des rampes de composition linéaire suivies de plateaux de composition constante, comme décrit sur la figure ci-dessous (figure II-12) et qui sera repris plus avant dans le chapitre IV. Comme on peut le voir sur le profil X expérimental, il est extrêmement difficile de déterminer la position de la fin de rampe en réflexion symétrique, et de même de localiser avec précision le pic dû au plateau de composition constante.

Cet inconvénient est majeur et justifie l'utilisation dans notre travail de la technique de Triple Diffraction des rayons X (TDX). Elle permet, à partir d'une cartographie du réseau réciproque, de séparer les différents effets évoqués ci-dessus et de remonter à la composition et à l'état de contrainte du matériau.

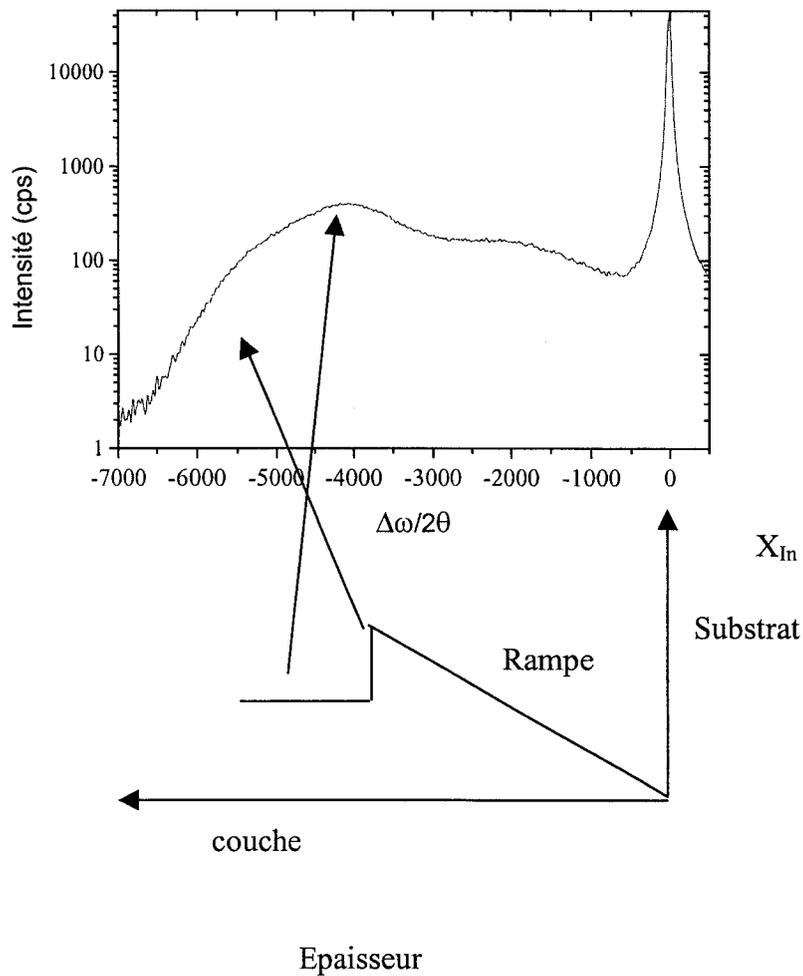


Fig. II-12 : Profil DDX d'une rampe de composition linéaire suivie d'un plateau de composition.

Ce profil montre la difficulté à repérer la position de la fin de rampe. Les flèches indiquent les positions de la fin de la rampe et du plateau déterminées par une autre méthode (TDX).

III.3. Triple diffraction des rayons X et cartographie de l'espace réciproque.

Nous présentons dans ce paragraphe le dispositif de triple diffraction, puis nous montrons l'intérêt de la cartographie pour notre étude. Nous présentons ensuite une méthode de dépouillement de ces cartographies qui permet d'obtenir les valeurs de composition et de relaxation des différentes couches. Enfin nous abordons les limitations rencontrées, essentiellement liées à l'appareil employé.

III.3.a Dispositif expérimental

Le dispositif utilisé pour la triple diffraction des rayons X reprend le montage précédent décrit pour la double diffraction des Rayons X auquel on ajoute un cristal analyseur entre l'échantillon et le détecteur [Iida1979] [Zaumseil1982] (Figure II-13).

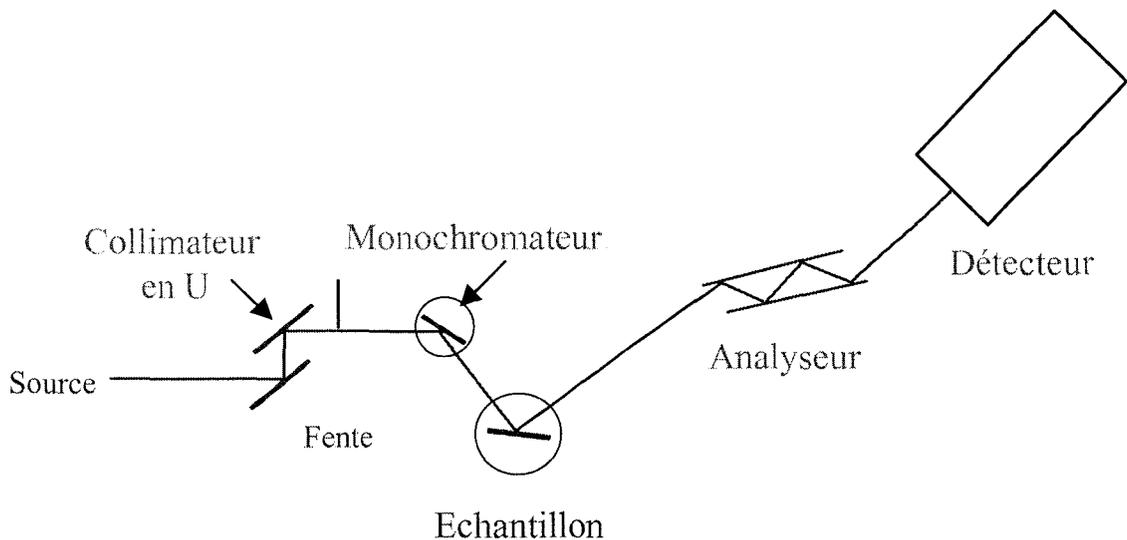


Fig. II-13 : Schéma du diffractomètre en mode triple diffraction.

L'analyseur est un cristal de silicium taillé en U dont les surfaces planes en regard sont orientées suivant [111]. Dans le canal, un rayon X entrant est réfléchi quatre fois. Ce système permet d'atteindre une résolution angulaire de 8 arcsec, représentant la largeur à mi-hauteur du profil de diffraction intrinsèque de ce cristal [Bowen1998]. Cela signifie que seuls les faisceaux de rayons X dont la divergence horizontale (i.e. parallèles au plan d'incidence) est d'au plus de 8 arcsec peuvent traverser l'analyseur et être comptés par le détecteur. Parce que le gain en résolution est considérable, les mesures de déformations résiduelles seront très précises.

III.3.b Cartographie de l'espace réciproque

i La notion d'espace réciproque

La loi de Bragg (équation II-4) peut s'écrire de manière équivalente dans le réseau réciproque :

$\Delta \vec{k} = \vec{k}_d - \vec{k}_i = \vec{G}_{hkl}$ où \vec{k} est le vecteur de diffusion et \vec{G}_{hkl} un vecteur du réseau réciproque :

$\vec{G}_{hkl} = h \vec{a}^* + k \vec{b}^* + l \vec{c}^*$, exprimé dans les vecteurs \vec{a}^* , \vec{b}^* , \vec{c}^* du réseau réciproque.

\vec{k}_i est le vecteur d'onde associé au faisceau incident et \vec{k}_d est le vecteur d'onde associé au faisceau diffracté.

La condition de Bragg se retrouve facilement à partir de la figure II-14 qui représente une coupe $(1\bar{1}0)$ du réseau réciproque d'un échantillon orienté (001) . A une famille de plans (hkl) du réseau direct correspond une rangée réciproque. La longueur des vecteurs d'onde étant $1/\lambda$ à 2π près, il vient :

$$|\Delta \vec{k}| = \frac{2 \sin \theta_B}{\lambda} = |\vec{G}_{hkl}| \quad \text{Equation II-23}$$

On retrouve la condition de Bragg lorsqu'un nœud se trouve sur la sphère d'Ewald, de rayon k_i , l'extrémité du vecteur d'onde \vec{k}_i étant prise sur un nœud arbitraire du réseau réciproque choisi comme origine.

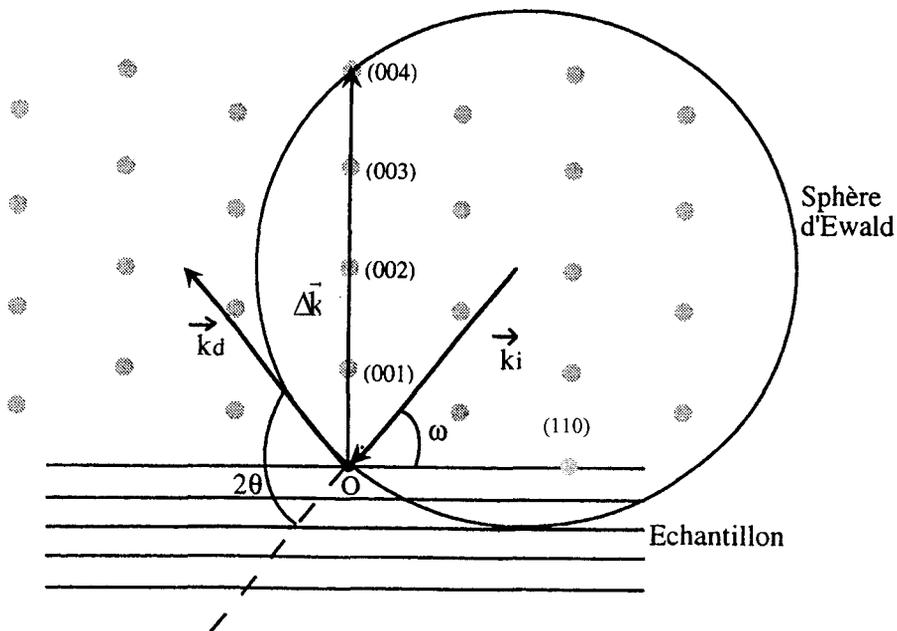


Fig. II-14 : Coupe $(1\bar{1}0)$ du réseau réciproque d'un cristal cubique orienté (001) (cas d'un substrat) et condition de diffraction pour la réflexion symétrique (004) . L'origine O est prise sur un nœud quelconque du réseau réciproque.

Considérons le cas le plus général d'un nœud quelconque du réseau réciproque (ce peut être celui d'une couche), situé sur la sphère d'Ewald, c'est-à-dire en condition exacte de diffraction, et repéré par ses coordonnées angulaires ω et θ (figure II-15). On peut relier ces coordonnées angulaires ω et θ aux coordonnées (k_y, k_z) du vecteur $\Delta\vec{k}$ dans l'espace réciproque [VanderSluis1994a].

En remarquant que :

$$- \quad |\Delta\vec{k}| = \frac{1}{d_{hkl}}, \text{ où } 1/d \text{ est la distance interréticulaire.}$$

$$- \quad \sin(\theta - \omega) = \frac{k_y}{1/d_{hkl}}$$

$$- \quad \cos(\theta - \omega) = \frac{k_z}{1/d_{hkl}}$$

On obtient :

$$\begin{cases} k_y = \frac{2}{\lambda} \sin \theta \cdot \sin(\omega - \theta) & \text{Equation II-24} \end{cases}$$

$$\begin{cases} k_z = \frac{2}{\lambda} \sin \theta \cdot \cos(\omega - \theta) & \text{Equation II-25} \end{cases}$$

Les composantes k_y et k_z correspondent aux projections du vecteur $\Delta\vec{k}$ suivant les deux directions du plan d'incidence rapportées au système d'axes attaché à la surface réelle de l'échantillon.

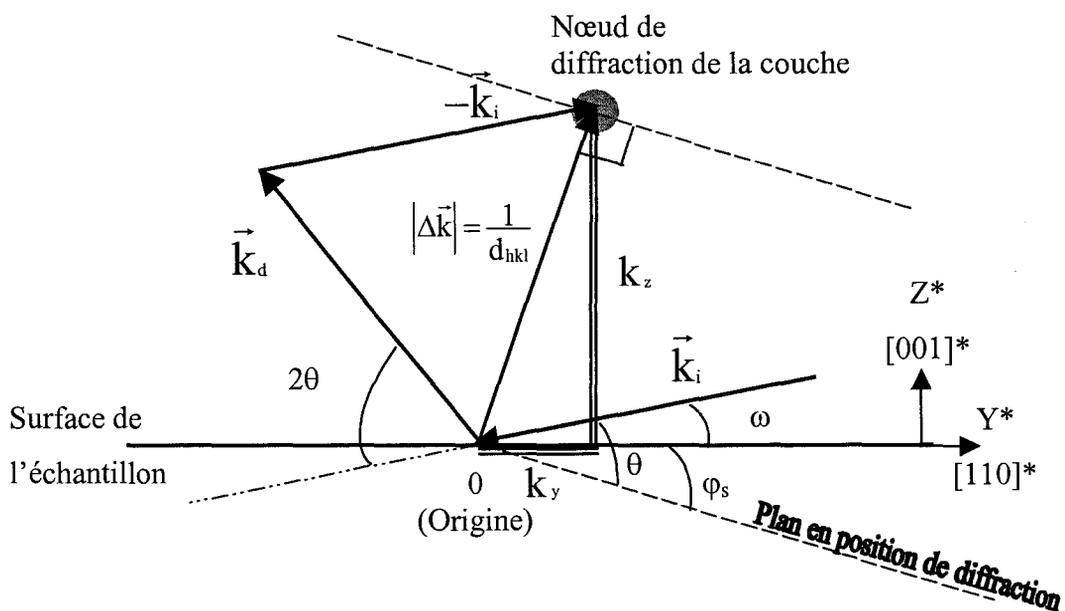


Fig II-15 : Relation entre les angles 2θ , ω , et les unités du réseau réciproque

En pratique, on n'utilise pas les valeurs absolues de ω et 2θ , ni celles de k_y , k_z rapportées au nœud origine O. On préfère travailler dans un repère (y^*, z^*) lié au nœud du substrat. Ce repère est obtenu par rotation de l'angle φ_s du repère (Y^*, Z^*) lié à la surface de l'échantillon, où φ_s est l'angle d'inclinaison des plans réflecteurs par rapport à la surface. Le vecteur $\Delta\vec{k}$ est alors décrit comme la somme d'un vecteur \vec{G} , vecteur parfait du réseau réciproque du substrat (figure II-14) et d'un vecteur de déviation \vec{q} tel que $\Delta\vec{k} = \vec{G} + \vec{q}$ (figure II-16).

\vec{q} possède deux composantes q_y et q_z dans un repère (y^*, z^*) lié au substrat (figure II-16).

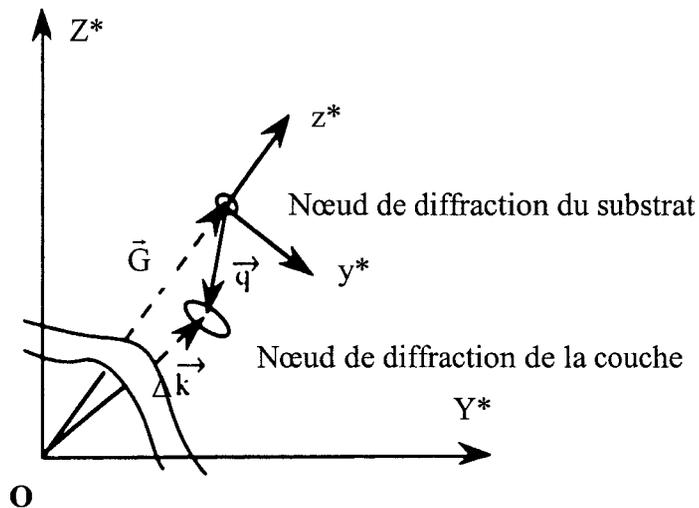


Fig II-16 : Position d'un nœud de diffraction dans le réseau réciproque après changement de référentiel.

q_y et q_z correspondent, dans le réseau réciproque, aux écarts angulaires $\Delta\omega$ et $\Delta(2\theta)$ mesurés dans l'espace réel entre le substrat en position exacte de Bragg et la couche.

Iida et Khora [Iida1979] ont obtenu les relations approchées suivantes qui lient le vecteur \vec{q} aux écarts angulaires :

$$q_y \approx (2\Delta\omega - \Delta(2\theta)) \frac{\sin\theta}{\lambda} \quad \text{Equation II-26}$$

$$q_z \approx \Delta(2\theta) \frac{\cos\theta}{\lambda} \quad \text{Equation II-27}$$

Ces deux équations permettent de déterminer les balayages dans le réseau réciproque :

- Une rotation de l'échantillon seul, c'est-à-dire une rotation de ω en maintenant l'angle 2θ constant affecte uniquement q_y . Le balayage engendré dans le réseau réciproque sera perpendiculaire au vecteur \vec{G} . Ce type de balayage,

sensible aux désorientations locales, renseigne sur la mosaïcité de la structure cristalline.

- Une rotation couplée $\omega/2\theta$ (pas de rotation du détecteur double du pas de rotation de l'échantillon) annule q_y . Le balayage s'effectue suivant q_z seul, c'est-à-dire dans la direction de \vec{g} . Ce type de balayage nous renseigne sur les variations de paramètres cristallins.

La figure II-17 représente les balayages ω , 2θ et $\omega/2\theta$ dans le réseau réciproque. La trajectoire décrite par un balayage $\omega/2\theta$ autour du nœud (hkl) est une droite qui joint la position du nœud de diffraction à l'origine (000), c'est la direction du vecteur \vec{g} . En revanche, les balayages en ω ou en 2θ pris séparément ne sont pas représentés exactement par des droites mais par des arcs de cercles. Les équations II-26 et II-27 ne peuvent pas décrire ces trajectoires réelles car ce sont des relations approchées.

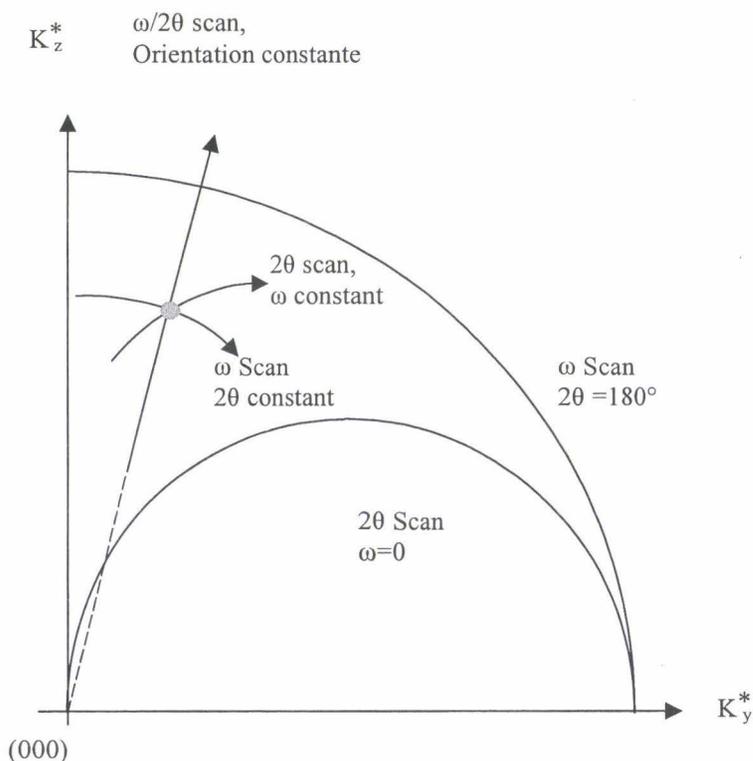


Fig II-17 : Représentation des balayages en ω , 2θ et $\omega/2\theta$ dans l'espace réciproque

S. Trudel a calculé les expressions exactes reliant q_y et q_z aux écarts angulaires [Trudel1997].

Elles sont données par:

$$q_y = \frac{2}{\lambda} \sin(\theta + \Delta\theta) \cdot \sin(\Delta\omega - \Delta\theta) \quad \text{Equation II-28}$$

$$q_z = \frac{2}{\lambda} \left[\sin(\theta + \Delta\theta) \cdot \cos(\Delta\omega - \Delta\theta) - \sin\theta \right] \quad \text{Equation II-29}$$

En développant au second ordre en $\Delta\omega$ et $\Delta(2\theta)$, Halliwell a montré que l'extrémité du vecteur de diffraction décrit bien un arc de cercle [Halliwell1995]. Pour les faibles valeurs de $\Delta\omega$, on peut assimiler cet arc de cercle à une droite.

ii Description de la cartographie de l'espace réciproque

Un balayage $\omega/2\theta$ couplé décrit une droite dans l'espace réciproque dans la direction du vecteur \vec{G} défini au paragraphe précédent. Le balayage en ω seul décrit une droite perpendiculaire à ce vecteur lorsque $\Delta\omega$ est petit. Afin de décrire complètement l'environnement d'un nœud de diffraction, il suffit d'effectuer plusieurs balayages en $\omega/2\theta$ (direction de \vec{G}) avec différentes valeurs initiales de ω (direction perpendiculaire à \vec{G}). C'est le principe de la cartographie. La figure II-18 présente de façon schématique l'enregistrement d'une cartographie.

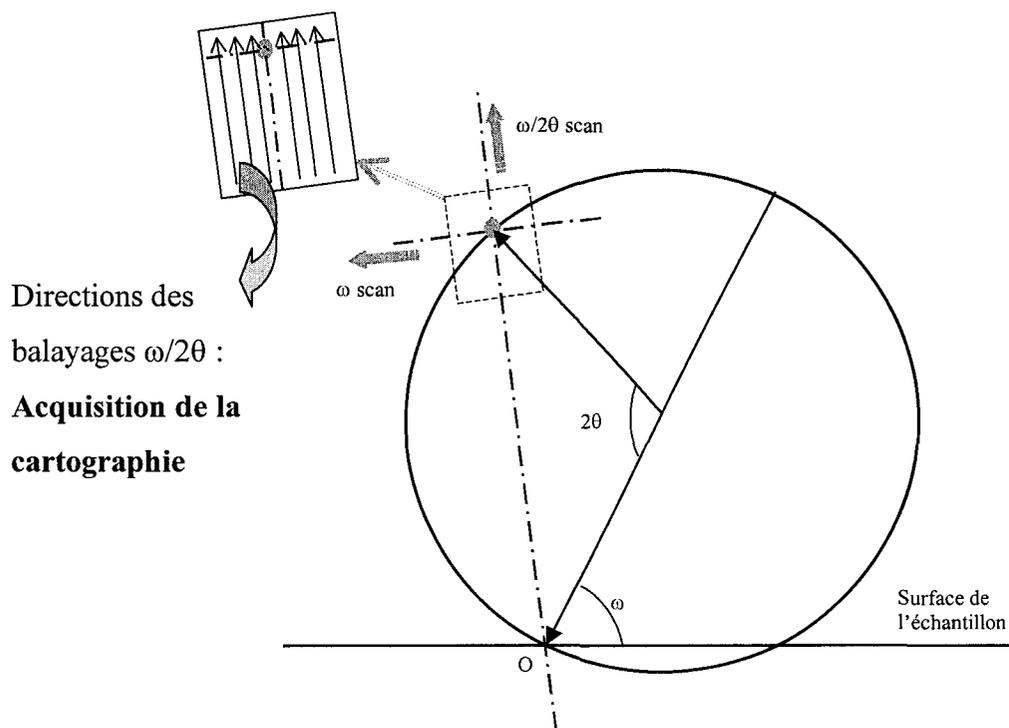


Fig. II-18 : Principe de l'enregistrement d'une cartographie

Une cartographie sera constituée d'une centaine de spectres TDX enregistrés en mode $\Delta\omega/2\theta$. Entre chaque profil, on incrémente de $d\omega$ la position angulaire de l'échantillon.

La conversion entre les coordonnées angulaires $\Delta\omega$ et $\Delta(2\theta)$ et les coordonnées de l'espace réciproque (q_y , q_z) est effectuée à l'aide du programme Contour édité par Bede. Ce programme donne un fichier de coordonnées (q_y , q_z) de points de l'espace réciproque avec l'intensité X mesurée en ces points. L'origine de la carte ($q_y=0$, $q_z=0$) est déterminée par la position du maximum d'intensité pour le pic du substrat (figure II-16).

A partir de ce fichier de données, on crée un maillage à l'aide du logiciel Surfer (Golden Softwear). Ce logiciel graphique permet la représentation de la répartition de l'intensité diffractée autour des nœuds.

Nous illustrons dans ce qui suit deux exemples qui montrent que la cartographie est indispensable et qui justifient l'emploi de cette technique dans cette étude.

iii Deux exemples où la cartographie de réseau réciproque est nécessaire.

La figure II-19a représente le spectre de DDX obtenu pour une rampe de composition linéaire suivie d'un plateau de composition constante. Un plateau épais doit donner un signal intense en diffraction X. Or le spectre DDX ne présente aucun pic correspondant. La cartographie de l'espace réciproque le met en évidence. Sur la cartographie, nous avons reporté la direction de balayage du spectre DDX classique. Il est clair que la trajectoire ne passe pas par le pic de la couche, à cause du tilt très prononcé dans ce cas, ce qui explique l'absence de signal sur le spectre de DDX. La direction cristallographique [001] de la couche est fortement désorientée par rapport à celle du substrat. La désorientation est ici mesurée directement sur la cartographie.

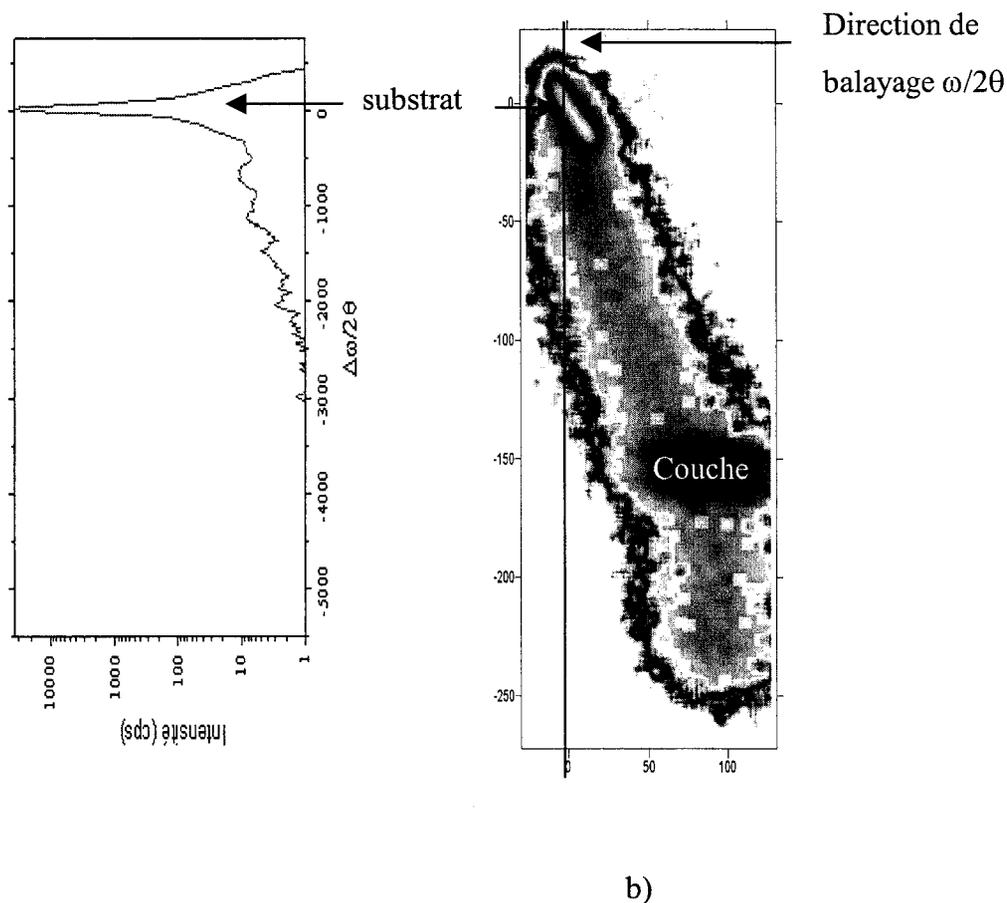


Fig II-19 : Mise en évidence d'un tilt dans une couche. a) Spectre de double diffraction, b) Cartographie de réseau réciproque correspondante. La ligne verticale continue indiquée sur la cartographie (b) représente la trajectoire dans l'espace réciproque du balayage $\omega/2\theta$ du spectre DDX.

Le deuxième exemple illustre la difficulté à mesurer la position de fin de rampe déjà évoquée au paragraphe III-2c. Le spectre présenté dans ce paragraphe a montré l'imprécision sur la position de la fin de rampe (Figure II-20a). La structure de la couche est représentée sur la figure II-20b. La cartographie de l'espace réciproque permet de résoudre ce problème car elle possède une résolution suffisamment grande pour distinguer le signal de fin de rampe (Figure II-20c).

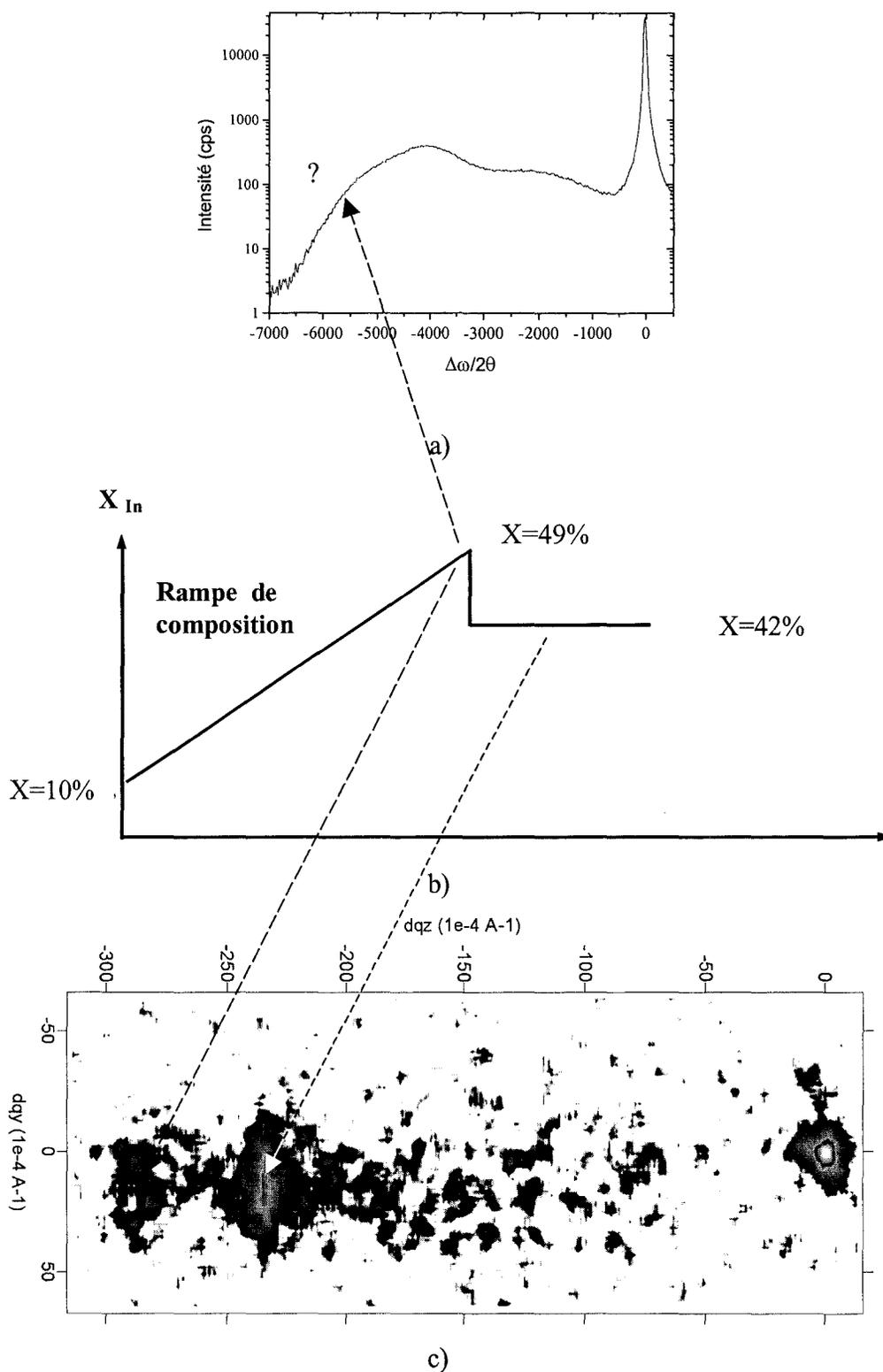


Fig. II-20 : Spectre de DDX (a) montrant la faible sensibilité de cette technique lorsque le matériau est fortement mosaïque. Ce manque de sensibilité est particulièrement visible lorsqu'il s'agit de caractériser la fin de rampe de la structure, (b), repérée par les flèches. La cartographie de l'espace réciproque permet de résoudre cette difficulté (c).

iv **Mesure de relaxation et de composition par cartographie de réseau réciproque.**

Nous présentons ici la méthode d'analyse d'une cartographie de l'espace réciproque. Nous montrons en particulier comment en déduire un taux de relaxation et une composition. Une méthode d'estimation des erreurs de mesure est donnée à la fin de cette partie.

Les paramètres de maille d'une couche épitaxiée sont déterminés par quatre cartographies de réseau réciproque pour deux réflexions différentes (une réflexion symétrique et une réflexion asymétrique) [Fewster1993]. Pour chaque réflexion, deux positions à 90° de l'échantillon sont analysées (faisceau incident parallèle à la direction [110] ou parallèle à la direction $[1\bar{1}0]$).

◆ Cartographie en réflexion symétrique (004)

La figure II-21 est la représentation schématique d'une cartographie autour du nœud (004) du substrat. L'origine de la carte est choisie en ce nœud. Le nœud le plus étendu matérialise la couche en compression (paramètre de maille supérieur à celui du substrat) et sa mosaïcité. Le nœud de diffraction de la couche est repéré par ses coordonnées Δq_i ($i=y,z$) dans le repère lié au nœud du substrat.

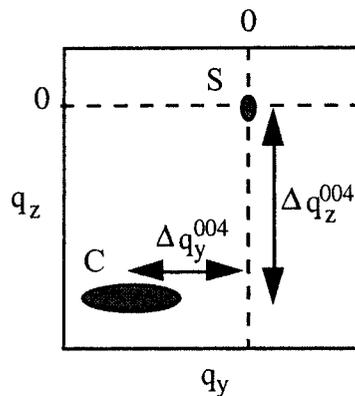


Fig. II-21 : Représentation schématique d'une cartographie de l'espace réciproque autour du nœud (004) du substrat.

Le nœud de la couche est décalé par rapport à l'axe vertical, ce qui traduit un réseau cristallin de la couche incliné par rapport à celui du substrat. Cette rotation correspond à ce que nous avons appelé le tilt.

En fonction du degré de relaxation de la couche, le nœud de diffraction de celle-ci peut se situer à différentes positions par rapport à celui du substrat. Les configurations possibles

sont représentées pour les nœuds (004) et (224) sur la figure II-22. Les déterminations de composition et de relaxation sont tirées de considérations géométriques sur les distances respectives dans l'espace réciproque entre le nœud du substrat et celui de la couche.

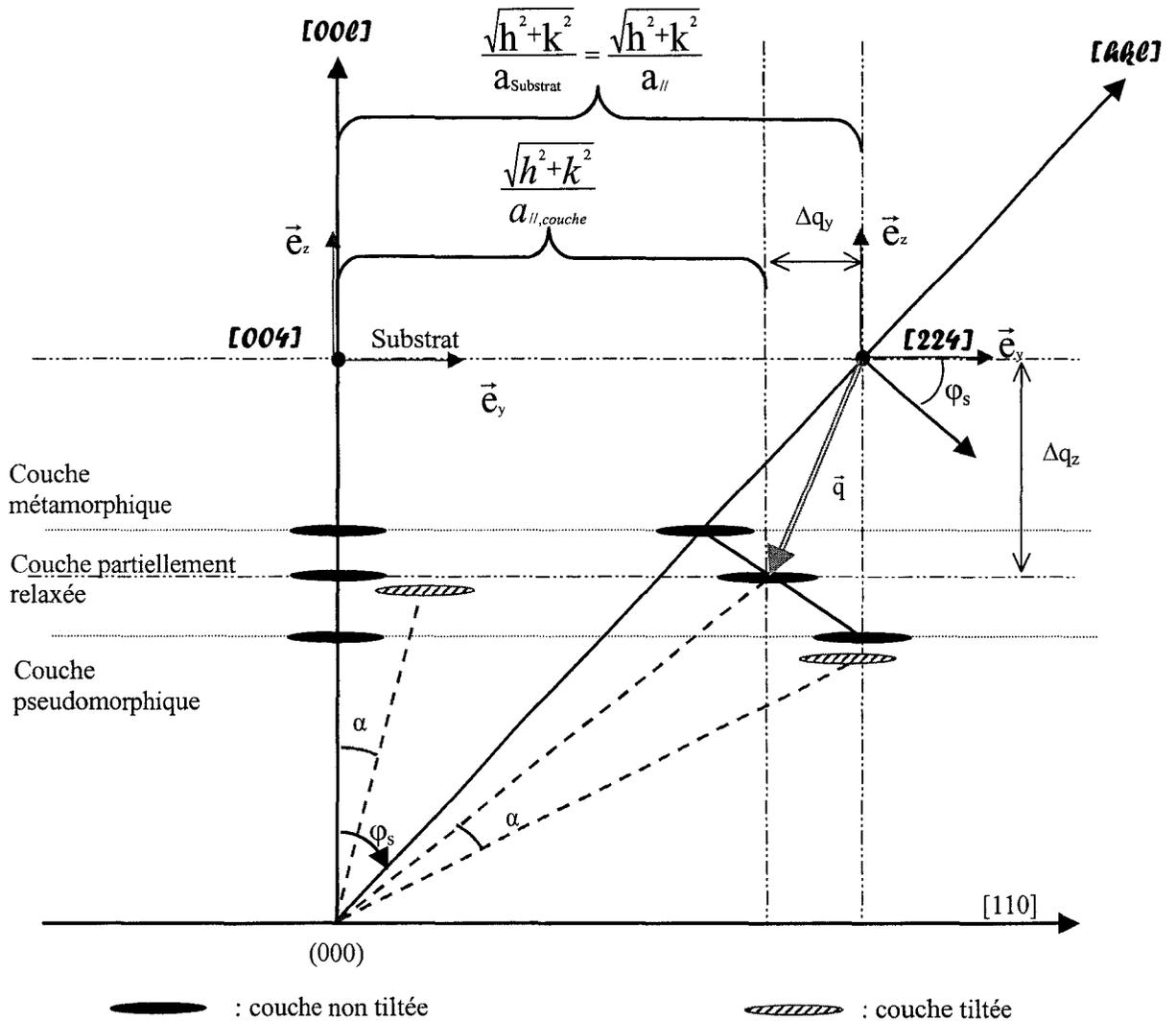


Fig. II-22: Schéma de principe des positions des couches en fonction de leur degré de relaxation et des désorientations (cas d'une couche tiltée).

La désadaptation relative des paramètres de maille suivant la direction de croissance $[001]$,

soit $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp}$, est tirée directement de la figure II-22 et vaut :

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp} = -\frac{\Delta q_z^{004}}{4 + \Delta q_z^{004} a_s} \quad \text{Equation II-30}$$

La correction du tilt consiste à faire tourner la figure II-22 de l'angle α autour du pôle [000] de la figure [Bauer1995]. Cela revient à amener la couche tiltée sur la direction [004]. Le sens de la rotation dépend du signe de Δq_y^{004} défini à la figure II-21.

La cartographie en réflexion (004) donne accès directement aux composantes du tilt et donc à sa direction dans la couche. D'après la figure II-22, la valeur de tilt est donnée par :

$$\tan(\alpha) = \frac{\Delta q_y^{004}}{\frac{4}{a_s} - |\Delta q_z^{004}|} \quad \text{Equation II-31}$$

Le calcul est effectué suivant les deux directions $\langle 110 \rangle$.

Remarque : la correction du tilt corrige aussi la position du nœud (224) de la couche (voir ci-dessus). Par suite, ceci affecte aussi la valeur du paramètre de maille mesurée dans les directions [110] ou $[1\bar{1}0]$.

◆ Cartographies en réflexion asymétrique (224)

L'interprétation des cartographies en réflexion (224) nécessite de prendre en compte deux problèmes :

- considérer sur les cartes en réflexion asymétrique la rotation déterminée par les deux réflexions (004).
- choisir les échelles utilisées pour représenter les cartographies.

Tout d'abord, pour corriger une cartographie en réflexion asymétrique, il faut tourner la couche du même angle α que celui mesuré en réflexion symétrique (004) (figure II-22).

D'après la figure II-22, si l'analyse est cohérente, on doit mesurer $\Delta q_z^{004} = \Delta q_z^{224}$ à condition de se situer dans le même référentiel (\vec{e}_y, \vec{e}_z) . Les cartographies de l'espace réciproque en réflexion asymétrique sont exprimées dans le repère lié au nœud (224) du substrat. Il est donc nécessaire d'effectuer un changement de repère du nœud (224) du substrat (coordonnées de la carte) vers celui lié au nœud (004) du substrat, (\vec{e}_y, \vec{e}_z) (figure II-21).

On trouve ainsi des valeurs de Δq_z^{224} et Δq_y^{224} corrigées du tilt et exprimées dans le repère (\vec{e}_y, \vec{e}_z) sur la figure II-22.

La désadaptation relative de paramètre de maille dans les directions [110] et $[1\bar{1}0]$ de l'interface est alors donnée par :

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{//} = -\frac{\Delta q_y^{224}}{2\sqrt{2} + \Delta q_y^{224}} \quad \text{Equation II-32}$$

A partir de la valeur Δq_z^{224} calculée, on peut vérifier la cohérence avec Δq_z^{004} par :

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp} = -\frac{\Delta q_z^{224}}{4 + \Delta q_z^{224}} \quad \text{Equation II-33}$$

De ces valeurs on déduit la composition de la couche ainsi que la contrainte résiduelle, ou de façon équivalente, son degré de relaxation.

III.3.c Limitation expérimentale de la technique de cartographie

La résolution angulaire obtenue par l'utilisation du cristal analyseur se fait aux dépens de l'intensité diffractée, de par les multiples réflexions dans l'analyseur. L'atténuation du signal diffracté peut alors être telle qu'une détermination des positions des couches dans l'espace réciproque devient difficile. L'intensité détectée est aussi faible à cause du système d'entrée qui ne possède pas une dynamique assez grande, en particulier une densité de photons suffisante.

L'une des solutions est d'augmenter le temps de pose en chaque point et d'augmenter le nombre de points d'acquisition. Cette solution conduit à des temps d'acquisition trop longs (une semaine pour une carte). Cela suppose une parfaite stabilité mécanique et thermique de toute la chaîne de mesure pendant tout ce temps. Une autre solution consiste à placer, devant le détecteur, une fente verticale qui joue le rôle du cristal analyseur.

L'avantage de l'emploi d'une fente fine devant le détecteur est le gain en temps de pose puisque le signal recueilli par le détecteur est plus intense. L'inconvénient est une résolution nettement inférieure. Van der Sluis a montré qu'il était possible d'enregistrer des cartographies par cette méthode [VanDerSluis1994b]. Halliwell a, d'un autre côté, montré que les nœuds s'élargissaient dans ce cas mais que leurs positions restaient inchangées [Halliwell1995]. Lorsque l'on utilise une fente fine devant le détecteur, la forme du nœud de diffraction du substrat change : le nœud devient étiré en travers de la carte (figure II-23b). Il est en réalité allongé suivant la sphère d'Ewald et son extension verticale est directement liée à la largeur du faisceau diffracté [Koppensteiner1994]. Dans notre cas, une fente de largeur 500 μm s'est avérée être un bon compromis entre intensité et résolution. Cependant l'analyseur a été utilisé chaque fois que cela s'est avéré possible ou nécessaire.

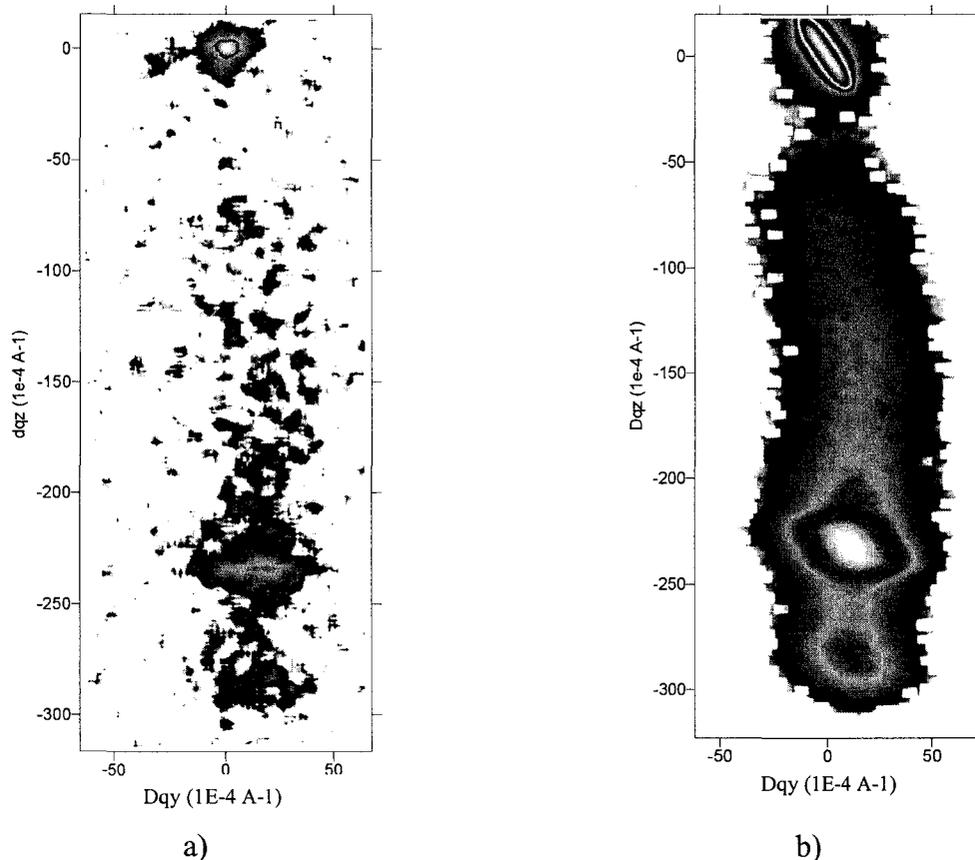


Fig. II-23 : Cartographie de l'espace réciproque autour du nœud (004) d'un même échantillon suivant deux configurations : avec l'analyseur (a), avec une fente fine devant le détecteur(b)

Nous avons toutefois cherché à quantifier les erreurs de dépouillement des cartographies commises dans le cas de l'emploi de l'analyseur et dans le cas de l'emploi d'une fente fine. De ces erreurs résultent des erreurs sur les mesures de composition et de relaxation.

Le calcul a été effectué sous Matlab. La démarche est la suivante :

- Elle consiste à déterminer un intervalle de confiance sur chacune des quatre cartes pour la position du pic en q_z et q_y .
- Ensuite, le programme calcule toutes les valeurs de relaxation et de composition obtenues à partir de toutes les valeurs possibles de q_y et q_z situées dans les intervalles de confiance précédemment définis.
- Enfin, les valeurs de composition et de relaxation sont classées. La fréquence d'apparition de chaque valeur de relaxation et de composition est alors tracée (Figure II-24). La position du maximum détermine la valeur la plus probable ; la largeur à mi-hauteur est une estimation de son incertitude.

La figure II-24 montre que les erreurs de dépouillement des cartographies commises lors de l'utilisation d'une fente fine sont nettement plus importantes qu'avec l'analyseur. Ces erreurs sont surtout observées sur la relaxation, l'influence sur la composition étant moins grande.

On vérifie aussi que les positions des pics ne sont pas fortement affectées par l'utilisation d'une fente. En effet, les valeurs moyennes mesurées avec un analyseur et une fente sont très voisines.

On en déduit les précisions sur les mesures :

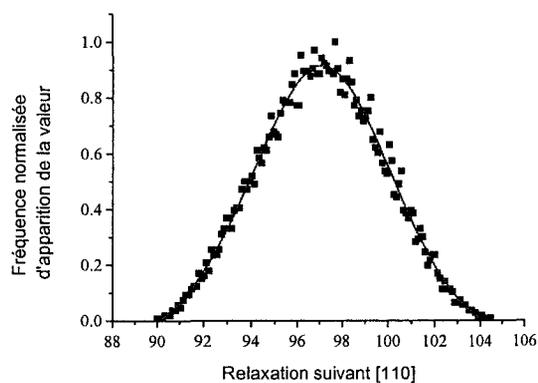
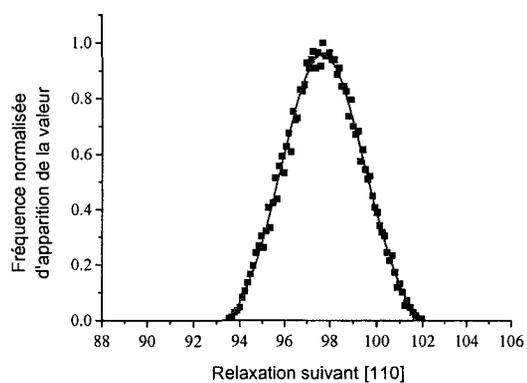
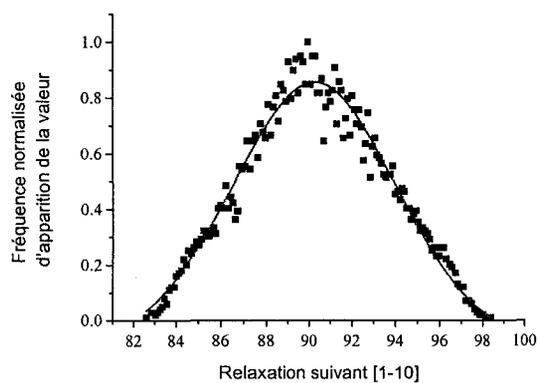
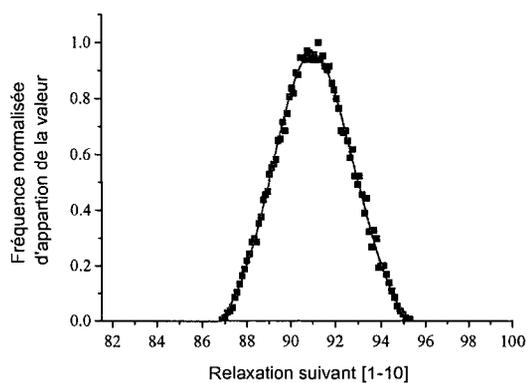
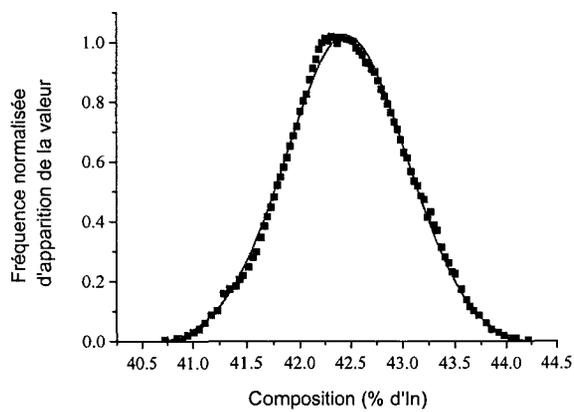
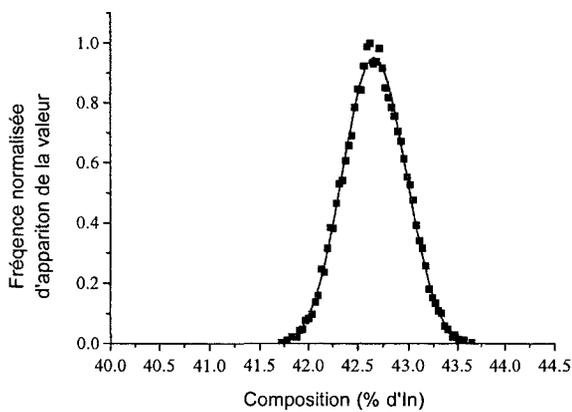
- de composition :
 - Avec l'analyseur : $42,7\% \pm 0,3\%$
 - Avec la fente : $42,4\% \pm 0,6\%$
- de relaxation :
 - Avec l'analyseur : $98\% \pm 2\%$ et $91\% \pm 2\%$
 - Avec la fente : $97\% \pm 4\%$ et $90,2\% \pm 5\%$
- de déformation résiduelle :
 - Avec l'analyseur : $-0,058\% \pm 0,06\%$ et $-0,26\% \pm 0,06\%$
 - Avec la fente : $-0,086\% \pm 0,09\%$ et $-0,28\% \pm 0,1\%$

Kidd *et al.* [Kidd1996] ont montré que la dispersion des résultats ne provenait pas de l'appareillage mais des processus de relaxation des couches (essentiellement la mosaïcité des couches due aux fortes densités de dislocations présentes). Ces mesures ont été effectuées par double diffraction des rayons X et montrent une sensibilité de l'ordre du pour-cent en composition et de 0,1% sur la déformation résiduelle.

Par ailleurs, peu d'auteurs ont présenté des résultats de cartographie avec des incertitudes de mesures et, lorsqu'ils les ont données, ils se sont basés sur les erreurs liées à l'appareil et non sur les erreurs de dépouillement. Par exemple Li *et al.* [Li1995] annoncent une déformation résiduelle à $\pm 0,002\%$ sur des couches de composition graduelle $\text{Si}_{0,3}\text{Ge}_{0,7}$ épitaxiées sur un substrat Ge. Ces couches peuvent être comparées à celles de notre étude en ce qui concerne la structure (rampe, dislocations). La dispersion indiquée est la valeur théorique du montage. Il est évident que ces valeurs sont sous-estimées, la dispersion des résultats dépendant principalement des processus de relaxation dans ce type de structures.

Nous montrons donc ici que la cartographie permet d'atteindre une précision sur la composition nettement supérieure à celle habituellement obtenue par DDX. Nous montrons

aussi que les incertitudes dépendent beaucoup de l'échantillon étudié puisqu'elles résultent essentiellement de la relaxation plastique.



Montage avec analyseur

Montage avec fente

Fig.II-24 : Influence de l'emploi d'une fente sur la précision de mesure de composition et de relaxation. La précision diminue à mesure que la largeur à mi-hauteur augmente.

IV. Bibliographie du chapitre II

- [Auvray1989]
P. Auvray, M. Baudet et A. Regreny
J. Cryst. Growth **95**, p. 288 (1989)
- [Bartels1983]
W.J. Bartels,
J. Vac. Sci. technol. **B1**, p. 338 (1983)
- [Bauer1995]
G. Bauer, J. Li et E. Koppensteiner
J. Cryst. Growth **157**, p. 61 (1995)
- [Bede]
Bede Scientific instruments Ltd., Lindsey prk, Bowburn, Durham DH6 5PF, United Kingdom
- [Bennet1991]
B.R. Bennett et J.A. Del Alamo
J. Elec. Mat. **20**, 12 p.1075 (1991)
- [Bouillet1994]
Thèse de l'université des Sciences et Technologies de Lille1, 1994
- [Bowen1998]
D. K. Bowen et B. K. Tanner
"High resolution X-Ray Diffractometry and Topography", ed. Taylor and Francis (1998)
- [Cho1975]
A.Y.Cho, J.R. Arthur,
« Molecular Beam Epitaxy », Proc. Solid. Stat. Chem. ; **10**, 157 (1975)
- [Ferreiro1999]
Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de Lille1, 1999
- [Fewster1993]
-P.F. Fewster and N.L. Andrews,
J. Appl. Phys. **74**, p. 3121 (1993)
-P.F. Fewster,
Semicod Sci. Technol. **8**, p. 1915 (1993)
- [Gunther1958]
G. Gunther,
Naturforsch., **13a**, p. 1081 (1958)
- [Halliwell1995]
MAG Halliwell,
Adv. X-Ray Analysis **38**, p. 151 (1995)
- [Heller1993]
E.J. Heller, Z.Y. Zhang, M.G. Lagally,
Phys. Rev. Lett. **71**, p. 743 (1993)
- [Iida1979]
A. Iida and K. Kohra,
Phys. Stat. Sol. (a) **51**, p. 533 (1979)
- [Kern1978]
R. Kern,
Bull. Miner. **101**, p. 202 (1978)
- [Kidd1996]
Kidd et al.,
J. Cryst. Growth **169**, p. 649 (1996)
- [Koppensteiner1994]
E. Koppensteiner, G Bauer, H. Kibbel et E. Kasper
J. Appl. Phys. **76** (6), p. 3489 (1994)
- [Lieberich1990]
A. Lieberich et J. Levkoff
J. Cryst. Growth **100**, p. 330 (1990)

- [Li1995]
J.H. Li, V. Holy, G. Bauer, J.F. Nützel et G. Abstreiter
Appl. Phys. Lett. **67** (6), p. 789 (1995)
- [Maigne1992]
P. Maigne et A.P. Roth
Semicond. Sci. Technol. **7**, 1 (1992)
- [Mo1990a]
Y.W. Mo, R. Kariotis, B.S. Shwartzentruber, M.B. Webb et M.G. Lagally,
J. Vac. Sci. Technol. **A8**, p. 201 (1990)
- [Mo1990b]
Y.W. Mo, R. Kariotis, B.S. Shwartzentruber, M.B. Webb et M.G. Lagally,
J. Vac. Sci. Technol. **B8**, p. 232 (1990)
- [Nagai1974]
H. Nagai
J. Appl. Phys. **45**, p. 3789 (1974)
- [Ohta1989]
K. Ohta, T. Kojima et T. Nakagawa,
J. Cryst. Growth **95**, p71 (1989)
- [Olsen1975]
G. H. Olsen et R.T. Smith
Phys. Stat. Sol. (a) **31**, p.739 (1975)
- [Pashley1991a]
M.D. Pashley, K.W. Haberern et J.M. Gaines,
Appl. Phys. Lett., **58** (4), p. 406 (1991)
- [Pashley1991b]
M.D. Pashley, K.W. Haberern et J.M. Gaines,
J. Vac. Sci. Technol. **B9** (2), p. 938 (1991)
- [Pashley1992]
M.D. Pashley, K.W. Haberern et J.M. Gaines,
Surf. Sci., **267**, p. 153 (1992)
- [Regreny1997]
P. Regreny, Thèse de l'Ecole Centrale de Lyon, 1997
- [Tanaka1992]
I. Tanaka, S. Ohkuchi et A. Hashimoto
Jpn. J. Appl. Phys., **31**, p. 2216 (1992)
- [Trude1997]
Thèse de l'Université des Sciences et Technologies de lill1, 1997
- [Valtuena1997]
J.F.Valtuena A Sacedon, A.L. Alvarez I. Izpura, F. Calle, E. Calleja, G. MacPerson, P.J. Goodhew, F.J. Pacheco, R. Garcia et S.I. Molina
J.Crystal.Growth. 182 (1987) 281-291
- [VanderSluis1994a]
P. van der Sluis,
Appl. Phys. **A58**, p. 129 (1994)
- [VanderSluis1994b]
P. Van der Sluis,
J. Appl. Cryst. **27**, p. 1015 (1994)
- [Vilain1994]
J. Vilain, A. Panpinelli,
« Physique de la croissance cristalline ». Coll. Aléa-saclay. Ed. Eyrolles (1994)
- [Wood1964]
E.A. Wood,
J. Appl. Phys., **35**, 1306 (1964)
- [Zaumseil1982]
P. Zaumseil et U. Winter,
Phys. Stat. Sol. (a) **70**, p. 497 (1982)

Chapitre III :

Plasticité des rampes simples

<u>I.</u>	<u>INTRODUCTION</u>	77
<u>II.</u>	<u>ECHANTILLONS ETUDIES</u>	78
II.1.	PROFILS DES RAMPES	78
II.2.	DESCRIPTION DES ECHANTILLONS	79
<u>III.</u>	<u>ANALYSE DE LA RELAXATION DANS LES RAMPES SIMPLES</u>	81
III.1.	METHODE D'ANALYSE PAR CARTOGRAPHIE DE RESEAU RECIPROQUE	81
III.2.	INFLUENCE DE LA FORME DE LA RAMPE DE COMPOSITION SUR LE TILT DE LA COUCHE	85
III.2.A	Résultats expérimentaux	86
III.2.B	Les modèles de génération de tilt	89
III.2.C	Discussion	95
III.3.	Influence des paramètres de croissance sur l'évolution de la relaxation	103
III.3.A	Influence du gradient de composition	103
III.3.B	Influence du saut de composition au démarrage	107
III.3.C	Influence de la température de croissance	109
III.3.D	Influence du flux d'arsenic	110
<u>IV.</u>	<u>INFLUENCE DES PARAMETRES DE CROISSANCE SUR LA MORPHOLOGIE DE SURFACE</u>	112
IV.1.	INFLUENCE DU DEMARRAGE.	114
IV.2.	INFLUENCE DU FLUX D'ARSENIC	116
IV.3.	UNE MORPHOLOGIE DE SURFACE A PLUS PETITE ECHELLE.	118
<u>V.</u>	<u>DISCUSSION</u>	123
V.1.	LE MODELE DE DUNSTAN	123
V.2.	LE MODELE DE TERSOFF	125
V.3.	COMPARAISON A NOS RESULTATS	128
<u>VI.</u>	<u>BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III</u>	132

I. Introduction

Dans ce chapitre, nous abordons l'étude de la relaxation élastique et plastique des contraintes dans les rampes de composition graduelles simples, c'est-à-dire sans plateau. L'objectif est ici d'évaluer l'état de déformation résiduelle du matériau et sa rugosité en sortie de rampe et avant réalisation d'un décrochement de composition, dans un souci à la fois d'optimiser les paramètres de croissance de la rampe, de mieux comprendre l'influence de ces paramètres sur sa qualité structurale globale, et de modéliser sur cette base les possibilités d'obtention d'un matériau réellement métamorphique par un décrochement de composition. L'aspect « métamorphique » est développé dans le chapitre 4. Le présent chapitre se compose de deux parties distinctes :

Dans une première partie, nous faisons une analyse de nos résultats expérimentaux basée sur les données obtenues par cartographie de réseau réciproque (chapitre II). Nous montrons en particulier qu'une exploitation très poussée de la cartographie de l'espace réciproque permet de mettre en évidence les évolutions des paramètres qui conditionnent ou interprètent la relaxation en cours de croissance (rotation du plan de la couche (tilt), densités de dislocations, déformation élastique résiduelle,...). Nous discutons de l'influence des paramètres de croissance (température de croissance, composition au démarrage de la rampe, gradient de composition, rapport V/III durant la croissance, ...) sur la relaxation, et sur la morphologie de surface observée par microscopie à force atomique (MFA). Pour des raisons de clarté, nous séparons dans le texte l'étude de l'influence de la forme de la rampe de celle des autres paramètres. La forme de la rampe inclut le gradient de composition (constant ou variable dans l'épaisseur) et la composition en indium (éventuellement non nulle) au démarrage.

Dans une deuxième partie, nous abordons les mécanismes de relaxation élastique et plastique qui sont fréquemment évoqués dans la littérature pour interpréter les observations dans ces structures particulières et nous les confrontons à nos propres résultats. A travers ces résultats, nous essayons de cerner les bonnes conditions opératoires qui conduisent à un optimum pour le couple « déformation résiduelle-rugosité » avant réalisation du décrochement de composition.

II. Echantillons étudiés

II.1. *Profils des rampes*

L'épitaxie de matériaux fortement contraints sur des substrats non adaptés a conduit à rechercher des stratégies permettant de retarder, voire de limiter, l'introduction catastrophique de dislocations de désadaptation de réseau, sources de dégradation de la qualité cristalline et physique. En introduisant entre la couche active et le substrat une couche tampon épaisse (buffer), de un à plusieurs microns d'épaisseur, on obtient un relâchement des contraintes au fur et à mesure de la croissance, et une répartition de la désadaptation sur toute l'épaisseur de cette couche. Une des voies explorées dans la recherche de couches tampon efficaces est la rampe de composition graduelle (chapitre 2). Il a été montré que la densité de défauts à la sortie d'une rampe de composition graduelle était de plusieurs ordres de grandeur plus faible ($\sim 10^6 \text{cm}^{-2}$) que celle observée dans une couche buffer de composition constante ayant la même désadaptation ([LeGoues1992], [Westwood1993]). Dans la littérature, on propose essentiellement deux structures de base :

- soit la rampe en marches d'escaliers, dans laquelle la composition est incrémentée par pas d'une marche à l'autre,
- soit la rampe continue dans laquelle la composition est modifiée en continu selon un programme pré-établi permettant « d'étaler » la désadaptation sur toute l'épaisseur de cette couche.

A ces rampes sont parfois associés des superréseaux. On trouvera dans l'article récent de F. Romanato ([Romanato1999]) une étude particulièrement poussée de différentes formes de rampes envisageables.

La figure III-1 montre les profils des rampes que nous avons étudiés. La rampe sublinéaire n'a pas été étudiée par Romanato en tant que telle. C'est la rampe que l'on obtient classiquement en technique EJM lorsque la montée en température de la cellule d'indium est programmée de façon linéaire (chapitre 2). On peut montrer que l'incorporation d'indium dans ces conditions sera sous-linéaire. Les autres rampes sont strictement linéaires en composition. Elles sont obtenues par une programmation spéciale de la température de la cellule d'indium (chapitre 2). Elles diffèrent entre elles soit par la valeur du gradient de montée en composition de la rampe, soit par la valeur de la marche de composition en indium au démarrage de l'épitaxie. On peut les regarder comme une combinaison d'une marche en escalier de hauteur variable associée à une rampe « douce », par opposition aux rampes « dures » qui, pour la même composition finale, démarrent directement à zéro ou presque zéro

en composition. De même, on peut regarder la rampe sublinéaire comme une rampe à gradient de composition variable, de valeur très faible en début de rampe et très forte en fin de rampe.

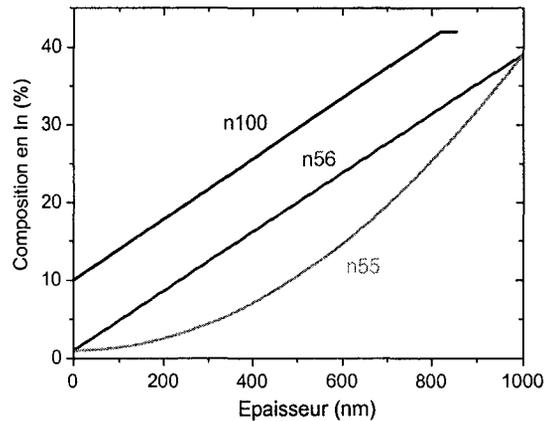


Fig. III-1 : Les différents profils de composition d'une rampe simple.

II.2. Description des échantillons

Les principales caractéristiques des échantillons étudiés dans cette partie sont données dans les tableaux III-1a et III-1b. Dans le paragraphe III.2, nous traitons rapidement de la rampe sublinéaire (cas de l'échantillon n55), opposée à la rampe linéaire (cas de n56) pour ce qui concerne l'aptitude de ces deux types de rampes à relâcher efficacement les contraintes. Pour des raisons qui apparaîtront dans le texte, le concept de rampe sub-linéaire a été assez vite abandonné au profit de la rampe linéaire, à l'étude de laquelle une large part de ce travail a été consacrée (Tableau III-1b).

Pour tous ces échantillons, constitués de buffers graduels, la température de croissance a été fixée à 405°C. Les épaisseurs varient de 620nm à 1µm. Les compositions visées au démarrage de la croissance de la rampe varient de 1% à 18% d'In. Les compositions visées en fin de rampe sont toutes situées entre 39% et 43%. Dans la plupart des cas (tableau III-1b), après réalisation du buffer graduel, un plateau de 50nm a été déposé. En effet, en diffraction X, il est nécessaire de repérer la position de la fin de rampe. Un plateau de 50 nm permet d'augmenter le signal diffracté par simple augmentation du volume diffractant.

	n55	n56
Epaisseur	0,98 μ m	0,98 μ m
Composition visée en fin de rampe	39%	39%
Composition visée au démarrage de l'épitaixie	1%	1%
Plateau 50nm	non	non
1As/2As	1As	1As

Tableau III-1a : Comparaison rampe sub-linéaire (n55) et rampe linéaire (n56) : caractéristiques visées.

	n94	n95	n98	n99	n100	n101	n102	n103	n104
Rampe	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Epaisseur	0,62 μ m	0,8 μ m	1,05 μ m	1,05 μ m	0,82 μ m	1,05 μ m	1,22 μ m	0,82 μ m	0,63 μ m
Composition visée en fin de rampe	43%	43%	42%	42%	42%	42%	42%	42%	42%
Composition visée au démarrage	10%	1%	10%	10%	10%	1%	1%	18%	18%
Plateau 50nm	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui
1As/2As	2As	2As	2As	1As	1As	1As	1 As	1As	1As

Tableau III-1b : Caractéristiques visées des échantillons étudiés dans ce chapitre (rampes linéaires simples).

Dans ces tableaux, la ligne 1As/2As correspond à un doublement programmé du flux d'arsenic dans certaines croissances. En technique d'épitaixie par jets moléculaires, l'arsenic est obtenu par évaporation de l'arsenic solide, ce qui génère un flux de tétramères As₄ qui se dissocient à la surface de l'échantillon. Dans notre étude, on s'arrange pour que le flux obtenu avec une cellule soit comparable pour tous les échantillons et suffisamment élevé pour rester dans des conditions de croissance dites « stabilisées Arsenic ». Dans ces conditions, l'excédent d'arsenic non incorporé est ré-évaporé et la vitesse de croissance est limitée par le flux des éléments III. Elle est de l'ordre de 1 μ m/h. L'expérience a montré que, indépendamment du rapport V/III auquel est très sensible la qualité d'un ternaire, le flux d'arsenic lui-même influençait à la fois la relaxation et la morphologie de surface des couches (paragraphe III-3). C'est donc un paramètre de croissance important dont il faut tenir compte. Une partie de l'étude lui est consacrée.

III. Analyse de la relaxation dans les rampes simples

III.1. Méthode d'analyse par cartographie de réseau réciproque

Pour mesurer l'évolution de la relaxation élastique et plastique dans la rampe de composition, nous avons utilisé la cartographie de l'espace réciproque (chapitre 2). La validation des résultats obtenus a été confirmée par microscopie électronique en transmission. Un exemple de cartographie de rampe (linéaire) est reproduit sur la figure III-2 (cas de l'échantillon n100, tableau III-1b).

La démarche suivie au cours de l'analyse cartographique consiste à faire correspondre à chaque épaisseur dans la rampe une mesure des trois paramètres de la maille déformée, à savoir a_{\perp} , $a_{//,1}$ et $a_{//,2}$ (chapitre II). Pour ce faire, nous choisissons sur chaque carte relevée en réflexion symétrique (004) une vingtaine de points situés entre le début et la fin du nœud de diffraction de la couche le long de la direction $[001]^*$ de l'espace réciproque. Dans l'espace réel, cela revient à découper la couche en une vingtaine de lamelles dont les épaisseurs ne sont pas nécessairement égales. En effet, les épaisseurs de celles-ci dépendent du profil de composition en indium. Sur la figure III-2, on distingue de façon simple à la fois le démarrage de composition en indium (ici 12% visé) et la fin de rampe (42% visé). De plus, l'écart de la position du nœud de diffraction par rapport à la direction de référence $[001]^*$ du substrat matérialisée sur la figure donne à la fois le sens de la désorientation de l'axe de croissance de la couche par rapport à la direction $[001]$ du substrat et sa valeur mesurée. C'est cette désorientation que l'on appelle communément « tilt ». L'allure de la cartographie permet de suivre l'évolution du tilt dans l'épaisseur de la couche et de le quantifier. Sur la figure, seules 6 lamelles sont représentées pour des raisons de lisibilité. Comme de plus une carte symétrique (004) donne directement accès au paramètre de maille suivant la direction de croissance (a_{\perp}), à chaque lamelle correspond une valeur de ce paramètre et une valeur de tilt.

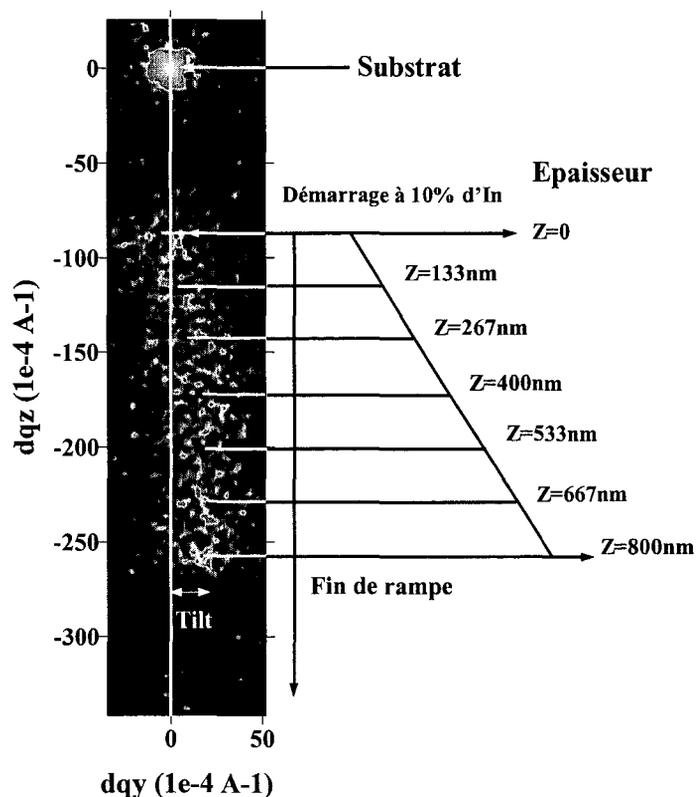


Fig. III-2 : Echantillon n100. Cartographie de réseau réciproque autour du nœud (004) du substrat : principe de la méthode d'analyse.

Une fois cette procédure effectuée pour les deux directions $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$, on peut reporter la position de chaque lamelle sur les cartes asymétriques de type (224), en faisant l'hypothèse d'une relaxation totale, ce qui fixe une référence connue pour le repérage de la couche réelle. A cette étape de l'analyse, la correction due à l'existence d'un tilt de la couche est apportée. La différence entre la position calculée et la position effective permet d'évaluer le degré de relaxation et la composition dans chaque lamelle, dans l'épaisseur de la rampe. Il est à noter cependant qu'il n'y a pas de relation directe entre la mesure de composition et l'épaisseur. En effet, la position des nœuds de diffraction dépend uniquement du couple de paramètres [composition, relaxation]. En aucun cas elle ne donne une information sur l'épaisseur à laquelle on trouve telle ou telle composition. Pour s'en rendre compte, il suffit d'observer la figure III-3 qui représente deux cartographies du réseau réciproque autour du nœud (004) du substrat des deux échantillons n94 et n99 d'épaisseurs différentes ($0,62\mu\text{m}$ pour n94 ; $1,05\mu\text{m}$ pour n99). Ces deux échantillons possèdent une composition en Indium au démarrage identique, de l'ordre de 10%. La faible différence observée suivant la direction $[001]^*$ n'est pas proportionnelle à la variation d'épaisseur, mais elle est due à une petite

variation de la relaxation en fin de rampe entre les deux échantillons. Nous reviendrons plus en détail sur cette comparaison dans la deuxième partie de ce chapitre.

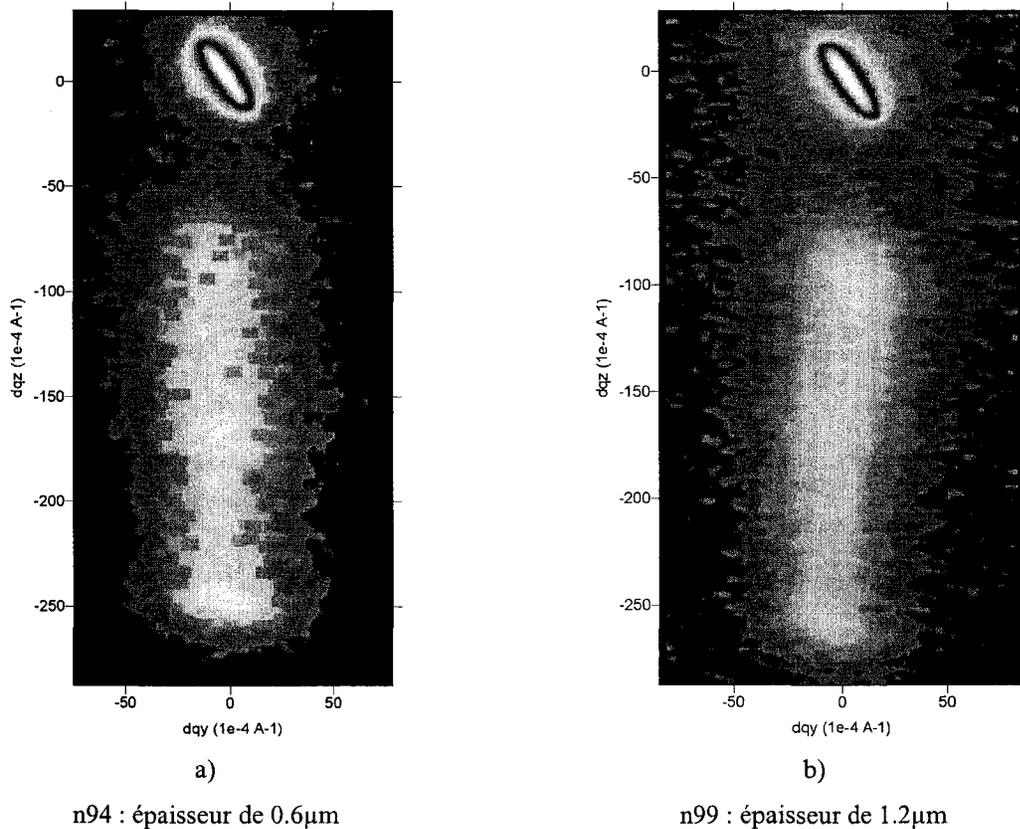


Fig III-3 : Cartographies de réseau réciproque autour du nœud (004) du substrat de deux échantillons dont les épaisseurs diffèrent. Les deux cartographies ont été enregistrées suivant l'azimuth [110].

Comme on ne possède pas d'information directe sur l'épaisseur, il est nécessaire de connaître la programmation en température des cellules afin de remonter à l'évolution de la composition dans la rampe (linéaire ou non). De plus, lorsqu'une erreur est commise au niveau de la programmation de la composition visée, la vérification de l'épaisseur totale s'avère indispensable. Pour ces raisons, les épaisseurs ont été calibrées pour certains échantillons à l'aide de la microscopie électronique en transmission (cross sections).

Les tableaux III-2a et III-2b rassemblent les résultats des mesures déduits des cartographies. On notera l'assez bon accord entre les compositions visées et les compositions mesurées. Celles-ci sont données à $\pm 0,7\%$, aux incertitudes expérimentales près (chapitre II). Les démarrages à 1 % ne sont pas mesurables lorsque l'analyseur n'est pas utilisé. Le démarrage de la rampe est alors masqué par l'étendue du nœud du substrat.

	55	56
Composition mesurée	37 %	39 %
Gradient (%In/ μm)	-	41
Tilt // [110]	218 "	810 "
Tilt // $[\bar{1}\bar{1}0]$	- 254 "	- 172 "
R [110] (%)	63	75
R $[\bar{1}\bar{1}0]$ (%)	61	70
ε // [110] (%)	-1,01	-0,67
ε // $[\bar{1}\bar{1}0]$ (%)	-0,97	-0,83

Tableau III-2a : Rampes n55 (sublinéaire) et n56 (linéaire) ; valeurs mesurées par cartographie X.

	94	95	98	99	100	101	102	103	104
Composition initiale (%)	8	1	11,1	11	12	1	1	21,5	22
Composition finale (%)	40,9	41	41	41,1	41	41,2	41,8	42,2	42
Gradient (%In/ μm)	53	51	28	29	35	38	34	25	32
R [110] (%)	83	74	80	77,5	77,5	79	82	79	80
R $[\bar{1}\bar{1}0]$ (%)	74	74	79,2	75,1	74	71,5	75	74	75
ε // [110] (%)	-0,51	-0,75	-0,59	-0,67	-0,68	-0,64	-0,54	-0,64	-0,62
ε // $[\bar{1}\bar{1}0]$ (%)	-0,77	-0,75	-0,62	-0,74	-0,77	-0,85	-0,76	-0,78	-0,77
Tilt // [110] (secondes)	1120	514	-211	-695	510	393	-2120	121	110
Tilt // $[\bar{1}\bar{1}0]$ (secondes)	-90	-121	0	-182	0	-332	-290	273	60

Tableau III-2b : Rampes linéaires en composition étudiées dans ce chapitre ; valeurs mesurées.

Les tilts indiqués sont ceux mesurés sur le petit plateau en sortie de rampe. Les directions des projections des tilts sont choisies pour qu'un signe positif indique un tilt suivant la direction de l'offcut du substrat. Les taux de relaxation R mesurés (chapitre II) apparaissent systématiquement plus élevés quand les rampes sont linéaires, ce qui peut justifier en partie la préférence pour ce type de profil. Les taux de relaxation sont en moyenne de l'ordre de 75% à 80% en sortie de rampe simple (tableau III-2a), ce qui est déjà une performance pour ce type de structure.

Les valeurs de $\epsilon_{//}$ données en sortie de rampe traduisent la déformation résiduelle du matériau avant dépôt des couches actives (chapitre IV). Il est facile d'en déduire les contraintes résiduelles si on suppose que les lois de l'élasticité linéaire s'appliquent. Elles sont de l'ordre de 900 Mpa.

III.2. Influence de la forme de la rampe de composition sur le tilt de la couche

Les échantillons choisis (figure III-1 et tableaux correspondants) sont des structures modèles qui nous ont permis d'étudier l'influence de la forme de la rampe de composition, à gradient constant ou variable, sur la « qualité » de la relaxation et sur la morphologie de surface. Un objectif de cette étude a été de mettre au point une procédure de qualification d'une rampe « idéale » type et d'en figer la forme. Un autre objectif a été cependant de mieux comprendre la « structure » du matériau en sortie de rampe, avant réalisation de la partie active. Si on peut considérer la fin de la rampe comme un substrat « flottant » sur lequel une nouvelle épitaxie va réaliser les éléments de base d'un composant (couches de confinement, couches actives, couches contact), la « qualité » de ce substrat en termes de déformation et de contrainte résiduelles, de densités de dislocations émergentes et surtout de rugosité de surface, est essentielle à connaître pour en optimiser la croissance. La rugosité de surface en particulier, de par sa propriété de se répliquer une fois qu'elle est apparue, est révélatrice d'interfaces de couches actives enterrées elles-mêmes rugueuses.

Parmi les éléments d'appréciation de la qualité structurale de la rampe, l'évolution du « tilt » est une composante importante car c'est surtout un marqueur de l'activité des familles de dislocations qui se sont générées dans la couche graduelle au cours du temps, au fur et à mesure de la croissance. L'activation simultanée de systèmes de glissement est à la source des interactions entre dislocations de « misfit » (chapitre I), interactions elles-mêmes à l'origine

des dislocations émergentes dont on connaît le rôle néfaste quand elles traversent une couche active.

La projection du tilt sur les deux directions $\langle 110 \rangle$ est mesurée directement sur les deux cartographies en réflexion symétrique (004). Elle donne accès aux deux composantes Δq_y et Δq_z du vecteur déplacement local du nœud de la couche par rapport à celui du substrat (chapitre II). Son évolution est donnée par l'équation III-1 :

$$\text{Angle de tilt}(z) = \arctan \left(\frac{\frac{a_s}{4} \Delta q_y^{004}(z)}{1 + \frac{a_s}{4} \Delta q_z^{004}(z)} \right) \quad \text{Equation III-1}$$

où z est l'épaisseur à laquelle sont mesurés les paramètres de maille (Figure III-2).

III.2.a Résultats expérimentaux

La figure III-4 montre l'évolution du tilt en fonction de l'épaisseur de la rampe pour les échantillons n55, n56 et n100 choisis comme modèles d'illustration, dans les deux directions $[110]$ et $[\bar{1}10]$ du plan de croissance. n55 est une rampe sublinéaire ; n56 est une rampe linéaire avec démarrage de l'épitaxie en principe à 1% d'indium (Tableau III-2a).

La figure III-5 montre l'influence d'une composition non nulle au démarrage de l'épitaxie sur le tilt dans le cas de rampes linéaires (démarrages à 1%, 12% et 22% respectivement, tableau III-2b). Pour permettre une comparaison aisée, la courbe de tilt de l'échantillon n100 (démarrage de l'épitaxie à 12% d'indium) a été reproduite sur les deux figures, dans les échelles appropriées.

Plusieurs différences importantes peuvent être notées. Elle portent à la fois sur la variation du tilt avec l'épaisseur et sur l'anisotropie de son évolution selon la direction.

Remarque : Dans ce qui suit, le tilt dans une direction donnée, $[110]$ (respectivement $[1\bar{1}0]$), correspond à une rotation de la couche par rapport au substrat autour de l'axe $[1\bar{1}0]$ (respectivement $[110]$) vers $[110]$ (respectivement $[1\bar{1}0]$).

La forme d'évolution du tilt, telle que la montre l'échantillon n55 en particulier dans la direction $[110]$, est une caractéristique rencontrée dans les rampes sublinéaires. Elle est en

réalité caractéristique des faibles gradients de contrainte, tels ceux que l'on obtient précisément dans ces rampes en début de croissance (Figure III-1). La rampe sublinéaire, à gradient de composition variable, peut en effet être « vue » comme une rampe dans laquelle un gradient de contrainte (induit bien entendu par le gradient de composition) varie continûment, depuis une valeur faible en début de rampe, jusqu'à une valeur forte, voire très forte, en fin de rampe. L'allure de la variation du tilt avec l'épaisseur dans cet échantillon traduit un changement de régime en fonction de la contrainte dans l'établissement du double réseau de dislocations qui s'établit dans le matériau dès lors que l'épaisseur critique « vraie » (chapitre I) est atteinte. A la variation instable et partiellement négative du tilt dans la direction $[110]$ correspond une variation, faible mais mesurable, sensiblement linéaire et négative, du tilt dans l'autre direction.

L'évolution du tilt sous la forme d'une variation à deux régimes, que montrent les échantillons tels n56, n100, n101 et n104, à savoir une montée linéaire suivie d'un plateau, est caractéristique des rampes linéaires. Elle est surtout spécifique à la direction $[110]$, mais on l'observe aussi dans la direction perpendiculaire $[1\bar{1}0]$, à un degré cependant nettement moindre, voire nul, voire sans apparition de plateau. Dans la direction $[110]$, l'extension très variable du plateau de tilt, précédé d'une montée linéaire à pente plus ou moins raide, dépend fortement des échantillons, et en particulier de la valeur de la composition au démarrage de l'épitaxie. Pour les échantillons n100 et n101, le tilt dans la direction $[110]$, d'abord négatif, s'inverse à une épaisseur de l'ordre de 100 à 150 nm, approximativement à l'épaisseur à laquelle un tilt macroscopique se manifeste dans l'échantillon n56. La composante de tilt dans la direction $[1\bar{1}0]$ est toujours négative (par rapport au sens de l'offcut du substrat), ou nulle. Cette caractéristique de la direction $[1\bar{1}0]$ est commune à toutes les formes de rampes (la valeur constante et positive que montre l'échantillon n104 est une exception qui, compte tenu de la faible valeur, peut être considérée comme nulle, à l'incertitude expérimentale de la mesure près.)

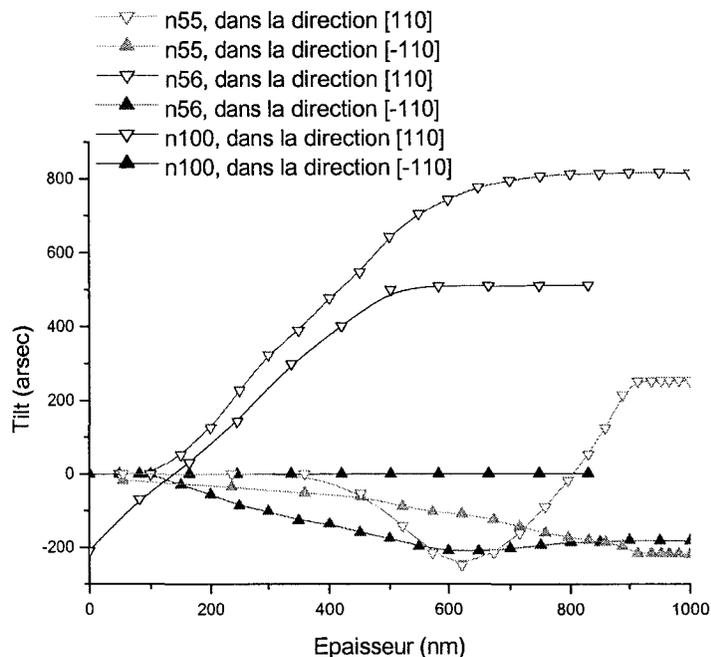


Fig III-4. : Evolution du tilt en fonction de l'épaisseur pour les trois échantillons n55, n56, n100.

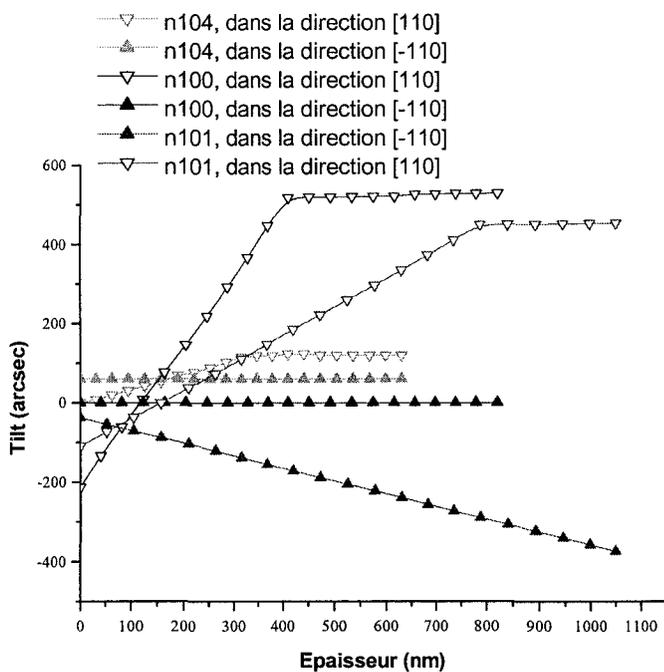


Fig. III-5 : Influence de la composition au démarrage sur le tilt mesuré dans les deux directions $\langle 110 \rangle$. Démarrages à 1% (n101), 10% (n100) et 18% (n104) d'In (compositions visées).

Nous pouvons résumer toutes nos observations, en disant que le tilt qui s'établit dans les rampes présente une évolution fortement anisotrope dans les deux directions [110] et $[1\bar{1}0]$ du plan de croissance, et que sa variation est fortement liée à celle du gradient de composition (ou de contrainte) choisi, fixe ou variable, et à la valeur de la composition au démarrage de l'épitaxie.

III.2.b Les modèles de génération de tilt

L'observation d'une rotation (tilt) du plan moyen (001) des couches épitaxiées par rapport au plan (001) du substrat a fait l'objet de nombreuses études. Les plus anciennes sont celles de Nagai [Nagai1974] et de Olsen et Smith [Olsen1975]. Le modèle de Nagai est basé sur l'hypothèse de la présence initiale de marches à la surface du substrat. Cette hypothèse ne s'applique que lorsque le substrat n'est pas coupé suivant un plan (001) exact (surface dite nominale). Il existe alors un angle Φ entre la normale à la surface géométrique (surface vicinale) et la direction cristallographique [001] exacte. Cet angle, dit « d'offcut », peut atteindre plusieurs degrés¹. Dans ce cas, le substrat peut être « vu » comme un ensemble de terrasses de longueur L séparées par des marches de hauteur h telles que $\tan\Phi = h/L$, où h est l'épaisseur d'une double couche atomique dans l'empilement (001) du substrat (figure III-6). Si la couche épitaxiée reste en cohérence avec le substrat (pseudomorphisme), son paramètre de maille est relaxé élastiquement de la valeur a_s du substrat à la valeur c le long de la terrasse. Il s'en suit une désorientation moyenne de l'axe [001] de la couche par rapport à la direction [001] du substrat, liée à l'angle d'offcut et à la désadaptation des paramètres de maille.

¹ De nombreuses études ont dans le passé porté sur l'influence de cet angle sur la qualité cristalline des couches, celle-ci apparaissant nettement améliorée lorsque cet angle est élevé (de l'ordre de 2 degrés et plus). L'idée sous-jacente était que la présence de marches en surface favorisait « l'accrochage », et donc l'incorporation, des espèces diffusantes sur la surface et accroissait la vitesse de dépôt. Cette piste est à peu près complètement abandonnée. Aujourd'hui, les substrats du commerce, dits « epi-ready », ont l'orientation (001) nominale, à la précision des machines de découpe et de polissage ($\pm 0^\circ5$).

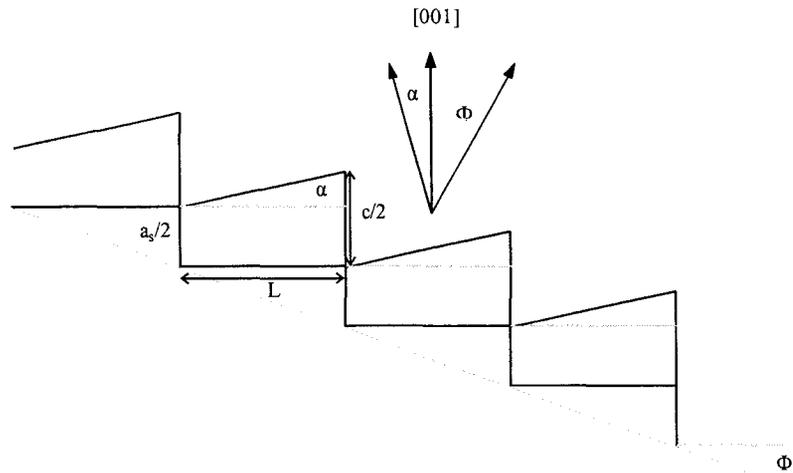


Fig. III-6 : Modèle de Nagai d'une couche épitaxiée pseudomorphique présentant un tilt d'angle α , déposée sur un substrat en marche d'escalier, de paramètre de maille a_s et d'offcut Φ (voir texte).

Dans ce modèle, la valeur α du tilt est donnée par :

$$\tan \alpha = f_{\perp} \times \tan \Phi \quad \text{Equation III-2}$$

où f_{\perp} est la composante perpendiculaire de la désadaptation (Chapitre II).

Cette théorie prédit par ailleurs que la direction de tilt est en sens inverse de celle du substrat lorsque la couche est en compression (i.e. $c > a_s$), et dans le même sens lorsque la couche est en tension.

Le modèle de Nagai, valable pour les structures pseudomorphiques, n'est applicable qu'à des matériaux faiblement désadaptés, c'est-à-dire soumis à des faibles contraintes, comme semble le montrer l'expérience. Outre cet effet, Olsen et Smith [Olsen1975] ont montré que le tilt observé dans les couches épitaxiées pouvait aussi provenir de la relaxation plastique des contraintes par génération de dislocations. En effet, lorsque la désadaptation n'est pas trop importante ($\epsilon < 2\%$), en régime de croissance bidimensionnelle (chapitre II) et dans les matériaux à structure sphalérite, la relaxation s'effectue par formation et glissement de dislocations de type 60° . Chaque dislocation de ce type peut y être décomposée en une somme de trois composantes selon la réaction du type :

$$\frac{a}{2}[0\bar{1}1] = \frac{a}{4}[\bar{1}\bar{1}0] + \frac{a}{4}[1\bar{1}0] + \frac{a}{2}[001]$$

Les configurations envisageables, compte tenu de l'orientation $[001]$ de la surface, sont décrites dans le tableau III-3. Dans la structure sphalérite, l'anisotropie des plans $\{111\}$ conduit à distinguer, pour une croissance orientée selon $[001]$, deux caractères α et β pour les dislocations à 60° , alignées selon les directions $[1\bar{1}0]$ et $[110]$ respectivement (Chapitre I). En

mode « glide » dans lequel se dissocient les dislocations de glissement [Hirth et Lothe 1968], une dislocation α a son demi-plan supplémentaire bordé par une rangée d'atomes As. Une dislocation β a son demi-plan supplémentaire bordé par une rangée d'atomes Ga. Pour une direction de ligne donnée, le caractère α ou β s'inverse selon la position du demi-plan supplémentaire par rapport au plan de glissement de la dislocation (demi-boucle), c'est-à-dire selon le sens du vecteur de Burgers. Pour chaque direction $\langle 110 \rangle$ du plan de croissance, quatre systèmes de glissement associés au caractère, soit α pour la direction de ligne $[110]$, soit β pour la direction de ligne $[\bar{1}\bar{1}0]$ des dislocations de misfit sont ainsi potentiellement actifs pour relâcher les contraintes d'une couche en compression.

Système de glissement -Type de dislocation	Direction de ligne	Plans de glissement	Vecteur de Burgers	Composante de misfit $\mathbf{b}_{\text{misfit}}$	Composante vis	Composante de tilt \mathbf{b}_{tilt}
1 - α	$[1\bar{1}0]$	(111)	$a/2[0\bar{1}1]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[1\bar{1}0]$	$a/2[001]$
2 - α	$[1\bar{1}0]$	(111)	$a/2[\bar{1}01]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/2[001]$
3 - α	$[1\bar{1}0]$	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	$a/2[\bar{1}0\bar{1}]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/2[00\bar{1}]$
4 - α	$[1\bar{1}0]$	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	$a/2[0\bar{1}\bar{1}]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[1\bar{1}0]$	$a/2[00\bar{1}]$
5 - β	$[110]$	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	$a/2[0\bar{1}\bar{1}]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[1\bar{1}0]$	$a/2[00\bar{1}]$
6 - β	$[110]$	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)	$a/2[10\bar{1}]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[110]$	$a/2[00\bar{1}]$
7 - β	$[110]$	(111)	$a/2[101]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[110]$	$a/2[001]$
8 - β	$[110]$	(111)	$a/2[0\bar{1}1]$	$a/4[\bar{1}\bar{1}0]$	$a/4[1\bar{1}0]$	$a/2[001]$

Tableau III-3 : Systèmes de glissement des dislocations à 60° pour une couche en compression épitaxiée sur un substrat d'orientation [001].

Les trois composantes des vecteurs de Burgers ainsi définies ont des actions très différentes :

- La composante de misfit, $\mathbf{b}_{\text{misfit}}$, de vecteur de Burgers situé dans le plan de croissance, est la composante efficace pour relâcher les contraintes.
- La composante vis, de vecteur de Burgers parallèle à la ligne, engendre une torsion locale de la couche.
- La composante de tilt, \mathbf{b}_{tilt} , de vecteur de Burgers perpendiculaire au plan de croissance, produit une rotation de la couche par rapport au substrat. C'est cette

composante qui, dans le modèle de Olsen et Smith, interprète la rotation du plan des couches.

On note sur ce tableau que les quatre décompositions des vecteurs de Burgers, pour chaque type de dislocation, α ou β , conduisent à la même composante de misfit dans le plan de la couche, mais que les composantes de rotation s'inversent deux par deux. Pour un réseau de dislocations de misfit, supposées toutes parallèles et d'un seul type, de composante de tilt b_{tilt} donnée, la désorientation α du réseau de la couche est donnée par

$$\alpha = b_{\text{tilt}} \rho_1 \quad \text{Equation III-3}$$

où ρ_1 est la densité linéaire de ces dislocations.

Dans l'hypothèse où la déformation initiale ε_0 entre couche et substrat est entièrement compensée par les dislocations (relaxation totale), l'angle de tilt α engendré par ces dislocations est alors donné par :

$$\alpha = \varepsilon_0 b_{\text{tilt}} / b_{\text{misfit}} \quad \text{Equation III-4}$$

L'équation III-3 montre que la rotation de la couche est directement proportionnelle à la densité de dislocations de misfit ρ . Si tous les vecteurs de Burgers étaient colinéaires et de même sens, la rotation n'apparaîtrait que dans une direction $\langle 110 \rangle$ du plan de l'interface et la valeur du tilt serait maximale, de valeur $\varepsilon_0 \sqrt{2}$. Pour une composition finale en fin de rampe de l'ordre de 40%, la déformation totale calculée serait de l'ordre de 2,87%. Il lui correspondrait un angle de rotation α de 2,3°. Ce cas n'est bien sûr pas réaliste. Les observations montrent que la direction de rotation n'est que rarement une direction $\langle 110 \rangle$ exacte du plan ([Pasek1991], [Chang1992a], [Trudel1997]) et que l'angle de rotation réel est généralement beaucoup plus petit que l'angle maximal précité. Nos observations le confirment. Le fait que l'angle de tilt augmente continûment avec le gradient de composition dans une direction et reste pratiquement nul dans l'autre direction traduit des composantes de rotation qui, pour une direction donnée, ont des signes opposés qui se compensent ou ne se compensent pas au cours de la croissance.

Le modèle de Nagai a été repris par Ayers [Ayers1991] et par LeGoues et al. [Legoues1993a] dans une approche plus physique prenant en compte l'activité des différents systèmes de glissement dans le processus de relaxation plastique. Ces deux modèles reposent sur la même base, à savoir l'existence a priori d'un offset du substrat, mais s'opposent quant à la nature des processus de relaxation mis en jeu. Le modèle de Ayers reste purement

géométrique et repose sur un déséquilibre des contraintes résolues sur les différents systèmes de glissement, induit par l'offset du substrat. Le tilt qui en résulte est contrôlé par le glissement préférentiel des dislocations sur les plans les plus contraints. Le modèle de LeGoues met en jeu des barrières d'énergie pour la nucléation des dislocations, barrières dont la hauteur est également modifiée par la présence de l'offset du substrat. Un abaissement de ces barrières favorise un déséquilibre du nombre de dislocations créées.

Le modèle de Ayers est illustré sur la figure III-7a et b. Dans le cas d'une surface du substrat nominale (figure III-7a), et pour chaque direction $\langle 110 \rangle$ de ligne des dislocations de misfit, les 4 systèmes de glissement sont simultanément actifs car également contraints (tableau III-3). Les vecteurs de Burgers correspondants sont symétriques deux à deux par rapport au plan de la surface (b_1 et b_2 en sont les projections dans le plan $(1\bar{1}0)$ de la figure). Il est clair que dans ces conditions les composantes de tilt s'opposent et s'équilibrent deux à deux : le tilt résultant est nul. En présence d'un offset du substrat, pour les mêmes systèmes de glissement, un déséquilibre dans les amplitudes des composantes de misfit apparaît, ce qui entraîne un déséquilibre des forces agissant sur les plans de glissement. Les plans les plus contraints seront ainsi favorisés. Dans ce modèle, l'angle de rotation de la couche est proportionnel à l'angle d'offset du substrat, comme dans le modèle de Nagai, et au taux de désadaptation f de la couche par rapport au substrat. Cette dernière propriété ne dépend pas du nombre de systèmes de glissement activés. Elle corrobore les observations antérieures de Olsen et Smith déjà cités, à savoir que d'une façon générale, la rotation du plan des couches croît de façon monotone avec la désadaptation. Dans les couches à composition graduelle continue, elle varie continûment avec la composition.

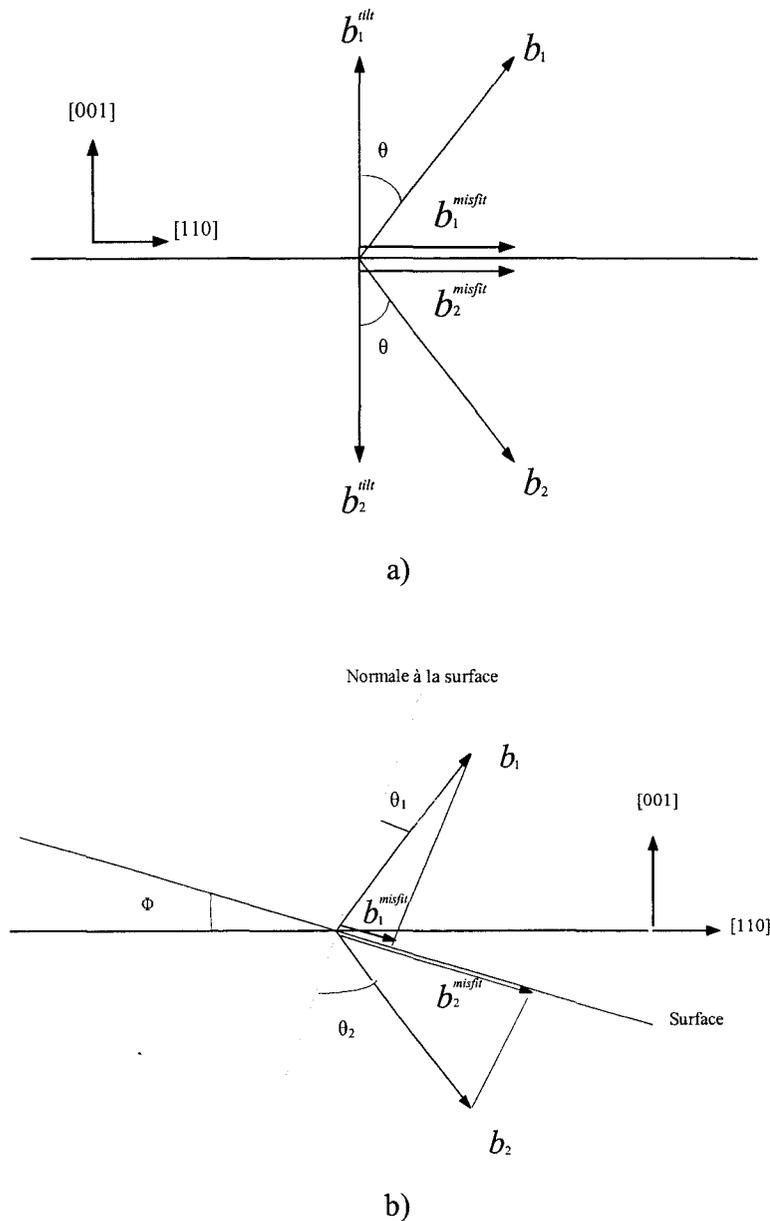


Fig. III-7 : Représentation de l'influence de l'offcut du substrat sur la composante de misfit des dislocations. Dans le cas a) la surface du substrat est une surface (001) exacte. Dans le cas b), un angle d'offcut est introduit.

Dans le modèle de LeGoues, pour des désadaptations supérieures à 1%, la relaxation d'une couche de composition uniforme s'opère également par un mécanisme limité par le glissement. En effet, dans de telles couches, la nucléation est facile par rapport au glissement car la contrainte appliquée est initialement très élevée. Dans ce cas d'une relaxation contrôlée par le glissement, où les densités de dislocations sont élevées car les interactions sont nombreuses, le tilt reste faible, voire nul, même pour des offcuts élevés. Dans les couches de composition graduelle, au contraire, un phénomène de limitation par la nucléation peut être

envisagé ([Legoues1991],[Fitzgerald1991]). Ces auteurs ont ainsi mis en évidence, dans des rampes de composition graduelle SiGe, un mécanisme particulier de relaxation mettant en jeu l'activation précoce de sources de Frank-Read modifiées produisant des empilements de dislocations dans le substrat. Pour interpréter l'activation de sources dans les différents systèmes de glissement, LeGoues et al., déjà cités, ont postulé l'existence de barrières d'énergie pour la nucléation des dislocations et relié les densités de dislocations aux lois de nucléation correspondantes. A partir du nombre de dislocations générées pour chaque système et du calcul de l'influence d'une inclinaison du substrat sur ces barrières, le modèle permet de relier la densité de dislocations responsables du tilt à la variation de cette énergie [Legoues1993b] [Mooney 1994]. Dans ce modèle, l'effet de l'offcut sur le tilt de la couche est important à cause de la loi exponentielle sur les énergies. Il s'en suit un tilt très marqué, d'autant plus important que la nucléation sera prépondérante sur le glissement. C'est ce qui semble être le cas dans SiGe sur Si.

III.2.c Discussion

On peut essayer de quantifier nos propres résultats en remarquant que si le tilt est la résultante d'une combinaison entre un effet d'« offcut » et un effet de relaxation plastique, on peut en donner une expression en fonction de l'épaisseur (équation III-5). Cette équation proposée par Ayers [Ayers1991] pour décrire le cas d'une couche de composition constante est facilement transposable à une rampe graduelle. Le premier terme rend compte de la relaxation élastique due aux marches en surface. C'est le modèle de Nagai [Nagai1974]. Le second terme rend compte de la rotation engendrée lors de la relaxation plastique : c'est le modèle de Olsen [Olsen1975]).

$$\alpha(z+1) = \arctan(-\tan(\alpha(z))f(z+1) + \sum_{n=1,4} \frac{\delta_n(z+1)b_{n,tilt}}{b_{n,misfit}}) \quad \text{Equation. III-5}$$

Dans cette équation, $\alpha(z)$ est la quantité de tilt générée à l'épaisseur z dans la direction [110]. La couche z peut être considérée comme un substrat virtuel pour la couche $z+1$ (dans les rampes de composition, il est nécessaire de prendre en compte non seulement l'offcut du substrat mais aussi la rotation engendrée pour toutes les couches situées au-dessous de la couche $z+1$). $f(z+1)$ est la désadaptation de paramètre de maille entre la couche située à l'épaisseur $z+1$ et celle située à l'épaisseur z . δ_n est la quantité de désadaptation relaxée par le

système de glissement n dans la couche $z+1$. Si l'on s'intéresse uniquement aux dislocations de type α , seuls les systèmes de glissement avec des directions de ligne $[1\bar{1}0]$ sont considérés, ce qui explique la somme sur quatre termes. Par ailleurs, le tilt ayant un effet cumulatif (le tilt à l'épaisseur z modifie le tilt à l'épaisseur $z+1$), son signe doit être pris en compte.

Cette équation permet en principe de quantifier l'influence de chaque terme à condition de connaître les densités de dislocations présentes. En effet, on peut évaluer la densité totale de dislocations à la cote z_i par rapport au substrat en divisant la densité de dislocations mesurée par unité de longueur à l'interface entre la couche (i) et la couche (i-1), soit $(\varepsilon_{//,i} - \varepsilon_{0,i})/b_{\text{misfit}}$, par l'épaisseur $(z_i - z_{i-1})$ de la couche (i) :

$$\rho_{\text{tot}}(z_i) = \frac{\varepsilon_{//,i} - \varepsilon_{0,i}}{b_{\text{misfit}}} \times \frac{1}{z_i - z_{i-1}} \quad \text{Equation. III-6}$$

$\varepsilon_{//,i}$ et $\varepsilon_{0,i}$ sont les déformations résiduelles et initiales mesurées dans cette couche. b_{misfit} est la composante efficace du vecteur de Burgers pour la relaxation (tableau III-3), dans l'hypothèse où la relaxation s'effectue uniquement par des dislocations de type 60° . Par ailleurs, Olsen *et al.* [Olsen1996] ont présenté une méthode de mesure qui permet de remonter aux densités de dislocations ayant produit une rotation du plan des couches dans une direction donnée. Pour chaque direction $\langle 110 \rangle$, on peut ainsi calculer :

$$\rho_{\alpha,\beta}^+(z_i) - \rho_{\alpha,\beta}^-(z_i) = \frac{\tan(\alpha(i))}{b_{\text{tilt}}} \quad \text{Equation. III-7}$$

où ρ^+ et ρ^- sont les densités de dislocations (α ou β) qui génèrent une rotation positive et négative de la couche par rapport à la direction de l'offcut du substrat. Cette équation est basée sur des considérations purement géométriques et notamment par l'analogie avec la rotation des plans cristallographiques de part et d'autre d'un sous-joint de flexion [Hirth et Lothe1982]. Dans le cas d'une rampe de composition, $\alpha(i)$ est la rotation de la couche i par rapport à la couche $i-1$.

Pour déterminer séparément les densités de dislocations $(\rho_{\alpha}^+, \rho_{\alpha}^-, \rho_{\beta}^+, \rho_{\beta}^-)$, une équation supplémentaire est nécessaire. Elle est donnée par l'équation III-5, appliquée à la densité totale de dislocations de type α , ou de type β , soit :

$$\rho_{\alpha,\beta}^+(z_i) + \rho_{\alpha,\beta}^-(z_i) = \rho_{\alpha,\beta}^{\text{tot}}(z_i) \quad \text{Equation. III-8}$$

En combinant l'ensemble des équations III-5, III-7 et III-8, l'évolution dans la rampe des quatre familles de dislocations peut être calculée. Les résultats sont présentés sur la figure III-8 pour l'échantillon n55. L'anomalie de tilt que présente cet échantillon (figure III-4) est,

rappelons-le, caractéristique des rampes à faible gradient de composition initial. Sur ce graphe, on a pris soin de distinguer les directions $[110]$ et $[1\bar{1}0]$, et leurs directions opposées. On voit que les dislocations α et β des deux signes sont simultanément présentes et ont une activité équilibrée qui croît de façon sensiblement linéaire sur les différents systèmes de glissement jusqu'à une épaisseur de couche de l'ordre de 400nm, au-delà de laquelle une dispersion apparaît. Cette évolution est conforme à celle du tilt qui ne devient macroscopiquement mesurable qu'à cette épaisseur (figure III-4).

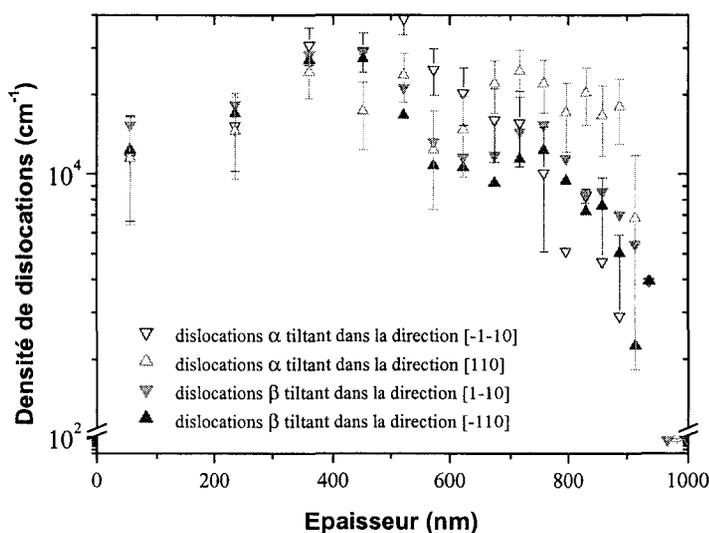


Fig. III-8 : Echantillon n55. Evolution des densités de dislocations α et β responsables de la désorientation macroscopique.

Contrairement à la densité des dislocations α , on notera que la densité de dislocations β des deux signes ne montre pas un caractère asymétrique marqué au-delà du seuil de dispersion, en accord avec un tilt faible, sensiblement linéaire et négatif, observé sur la figure III-4. Il est clair sur ce graphe que l'essentiel du déséquilibre à l'origine de l'anomalie sur le tilt provient des dislocations α . Il est clair aussi, si on compare le signe de la rotation à celui des autres couches pour des épaisseurs comparables, qu'il s'agit ici d'un cas de rotation « empêchée » du plan moyen de la couche. Ceci explique le passage par un maximum, qui traduit une compétition entre plans de glissement actifs, et le retour rapide vers un plateau « positif », très écourté dans ce cas.

L'analyse poussée de l'échantillon n55, en ce qui concerne la mesure de densités pour les quatre familles, n'a pas été étendue aux autres échantillons. La figure III-9 a et b montre, pour comparaison, les densités cumulées de dislocations α et β mesurées dans les deux

directions, en fonction de l'épaisseur. Les ordres de grandeur de ces densités (rapportées ici à l'unité de surface) sont compatibles avec les observations de microscopie électronique qui montrent des écheveaux de dislocations relativement bien distribués et peu denses (Paragraphe III-5).

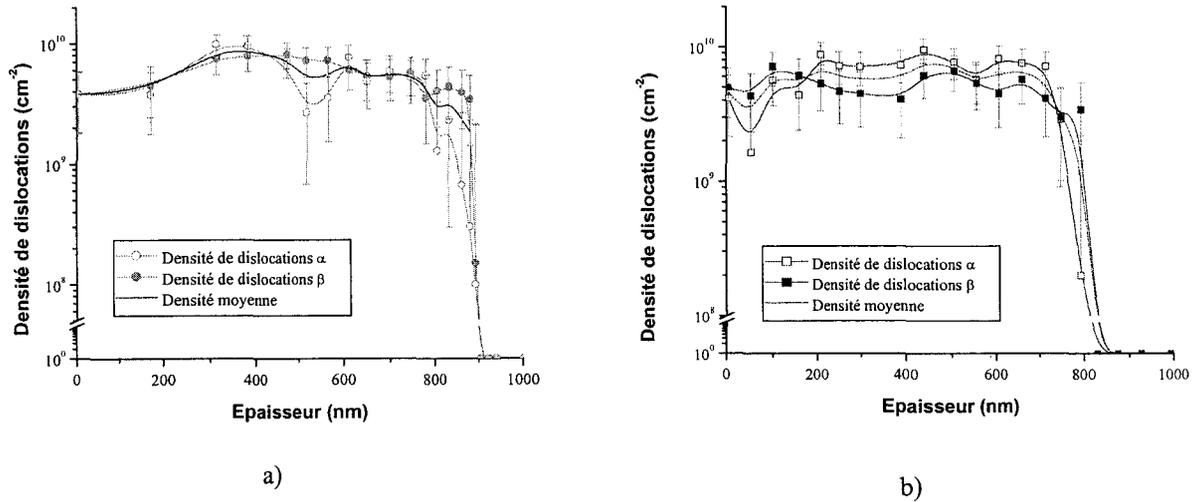


Fig III-9 : Profils de densités de dislocations dans les échantillons n55 (a) et n56(b)

En ce qui concerne l'évolution de la densité de dislocations, la particularité observée dans l'épaisseur de l'échantillon n55 ne se retrouve pas dans l'échantillon n56 et plus généralement dans les rampes linéaires. Ces rampes montrent des densités relativement constantes, sauf au voisinage de la surface où elles chutent brutalement jusqu'à une densité de dislocations non mesurable avec notre méthode. Ceci est conforme à toutes les observations expérimentales, en particulier celles par microscopie électronique en transmission, qui montrent une zone exempte de dislocations, que les modèles de génération de dislocations de misfit interprètent sans difficulté dans un schéma d'expansion de demi boucles émises à partir des surfaces [Tersoff1993].

Ce qui précède montre que l'on peut intuitivement regarder et comprendre les lois d'évolution du tilt dans les couches comme une manifestation de l'activité au cours de la croissance des dislocations α et β dans les différents systèmes de glissement habilités (tableau III-3). Cette activité est certes contrôlée au départ par des sources de dislocations α et β , elles-mêmes contrôlées par la mobilité de ces mêmes dislocations, une fois émises. On sait que dans les matériaux III-V non dopés, et en particulier GaAs qui a été le plus étudié de ce point

de vue [Rabier1987], il existe une très forte asymétrie de mobilité des dislocations α et β , induite par les structures de cœur très spécifiques de ces dislocations (cœurs As pour les dislocations α , cœurs Ga pour les dislocations β , en mode glide, et inversement en mode shuffle). Les vitesses des dislocations α sont en ordre de grandeur 100 à 1000 fois plus grandes que celles des dislocations β ou vis. Elles sont par ailleurs très activées thermiquement. Le dopage par impuretés de type n ou p affecte considérablement ces mobilités, en particulier celles des dislocations β ou vis, beaucoup moins celles des dislocations α . Un dopage de type n accentue l'effet d'asymétrie par rapport au cas non dopé. Un dopage de type p réduit pratiquement tout effet d'asymétrie entre ces trois types de dislocations.

L'asymétrie de mobilité des dislocations α et β est une caractéristique intrinsèque des composés III-V. Elle ne dépend pas, ou peu, du caractère parfait ou dissocié de ces dislocations. Elle résulte du caractère non centrosymétrique de la structure III-V (chapitre I), par opposition à la structure diamant du silicium et de ses alliages SiGe/Si, qui est centrosymétrique, et dans laquelle il n'existe pas d'asymétrie entre dislocations à 60° . Ceci introduit de profondes différences entre les deux cas car dans les composés III-V, l'asymétrie de mobilité se retrouve naturellement dans l'efficacité des sources à générer des dislocations des deux types. Si la nucléation des dislocations α est relativement aisée dans le cas d'un dopage de type n et requiert peu d'énergie, celle des dislocations β l'est beaucoup moins. Elle requiert des énergies visiblement beaucoup plus fortes, les observations de sources de dislocations β étant rares [Kesteloot1981].

Le glissement asymétrique des dislocations dans les hétérostructures de type InGaAs/GaAs, qui ont été les plus étudiées de ce point de vue, conduit à des mécanismes de sources tout à fait particuliers [Lefebvre1994]. Dans les premiers instants de la relaxation plastique, la configuration des dislocations de misfit est fortement anisotrope [Lefebvre1991]. La plupart des dislocations sont de type α , parallèles à la direction $[1\bar{1}0]$. Elles peuvent être générées soit par un mécanisme de Matthews (Chapitre I) lorsque l'épaisseur critique est atteinte, soit de façon plus efficace par des sources superficielles, le plus souvent localisées en bordure des substrats car c'est à cet endroit que les contraintes d'origine thermique sont les plus fortes. Il a été clairement démontré maintenant que c'est le glissement dévié des parties vis des demi-boucles glissiles (qui génèrent les dislocations de misfit) qui produit les dislocations β dans la direction perpendiculaire $[110]$ [Kavanagh1988], [Fitzgerald1989], [Ulhaq-Bouillet1994]. Le glissement dévié suppose une contrainte suffisante dans le plan de



déviations (~ 150 MPa pour $x \sim 3\%$ dans InGaAs/GaAs [Ulhaq-Bouillet, déjà citée]) pour qu'une dislocation β se forme. Lorsqu'une dislocation β en mouvement rencontre une dislocation α , de même vecteur de Burgers, une réaction d'annihilation se produit, avec formation d'un coin dévié [Lefebvre1991] à partir duquel un mécanisme de multiplication de type Frank-Read s'initie, avec émission de dislocations dans le substrat. Ce mécanisme s'apparente à celui observé par LeGoues dans SiGe/Si (Moulin de Frank-Read modifiés) ; mais dans le cas présent les dislocations créées dans l'interaction sont de type β . Une seule dislocation α parallèle à $[\bar{1}\bar{1}0]$ va en réalité produire plusieurs dislocations β parallèles à $[110]$. C'est en fait le caractère asymétrique du mécanisme de multiplication lui-même qui génère des demi boucles de dislocations β dans le substrat et dans les plans $(1\bar{1}1)$ et $(\bar{1}11)$, d'arête commune $[110]$ (Tableau III-3), et non dans les plans (111) et $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, comme ce serait le cas dans SiGe/Si. Sous cet angle, les dislocations β peuvent être considérées comme un produit « dérivé » des dislocations α . Leur faible mobilité va cependant les amener à contrôler en partie la plasticité dans les composés III-V. Dans InGaAs/GaAs, les observations par microscopie électronique en transmission montrent, par suite de leur mécanisme particulier de nucléation et de leur faible mobilité, elles ont tendance à se regrouper en parois parallèles à la direction $[110]$ [Lefebvre1994].

Bien que des études comparables n'aient pas à notre connaissance été développées pour l'hétérostructure InAlAs/GaAs, on peut penser que les propriétés plastiques sont comparables et que les mêmes considérations doivent s'appliquer, en particulier les propriétés intrinsèques de nucléation et de multiplication propres aux dislocations α et β . Sur cette base, on peut donner une interprétation un peu plus précise de la façon dont la plasticité s'est introduite et développée dans les rampes graduelles linéaires et sublinéaires étudiées ici. Tout d'abord, l'extension du tilt dans la direction $[110]$, comparativement à la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$, traduit bien l'asymétrie de glissement dans les différents plans, et l'omniprésence des dislocations α dans le processus de relaxation. En terme d'épaisseur critique pour l'apparition des dislocations de misfit, on sait qu'il existe deux épaisseurs critiques [Dunstan1991], la première liée à la formation des premières dislocations de misfit par glissement des dislocations émergentes répliquées par la croissance depuis le substrat (mécanisme de Matthews), la deuxième liée au début de la relaxation « visible ». Cette deuxième épaisseur critique peut être assimilée à un phénomène de multiplication en avalanche dans l'épaisseur de la couche, analogue à celui bien connu observé dans le matériau massif dans des essais de déformation à vitesse de déformation imposée lorsque la

densité de sources de dislocations est insuffisante au passage de la limite élastique (phénomène du « upper yield point »). D'un certain point de vue, on peut d'ailleurs établir un parallèle avec l'essai mécanique standard (compression) en remarquant que l'établissement du régime de contraintes pendant la croissance d'une rampe de composition strictement linéaire se fait aussi à une vitesse de déformation constante. Au tout début de la croissance, et notamment dans le cas de l'échantillon n55 pour lequel le gradient de composition est sublinéaire, l'état de contrainte du matériau reste faible suffisamment longtemps pour qu'un mécanisme de Matthews puisse être le mécanisme dominant sur une épaisseur importante. On peut comprendre ainsi l'allure particulière du tilt dans cet échantillon, à savoir une densité assez équivalente de dislocations α et β des deux signes, homogène et isotrope, à l'image de celles du substrat dont elles sont issues, et une direction de tilt opposée à celle du substrat. Il paraît probable que l'offset du substrat ait influencé le choix du système de glissement sur lequel s'est produite la toute première « avalanche », conformément au modèle de Ayers (premier terme de l'équation III-4, paragraphe III-2B). Dans notre étude, la direction de l'offset des substrats a été mesurée en général à 45° environ des directions positives $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$ avec un angle d'offset au plus de $0^\circ 1$, soit environ $360''$. C'est faible mais on peut noter que cela reste systématiquement au dessus des valeurs de tilt mesurées dans la direction négative.

Dans le cas de l'échantillon sublinéaire n55, on peut suggérer que l'épaisseur critique « macroscopique » se situe à environ 400nm, épaisseur à laquelle il y a un réel « décollement » du tilt de la couche. A cette épaisseur, la composition correspondante calculée est de 7 à 8 % d'indium (figure III-1). Il lui correspond une déformation totale $\varepsilon_0 \sim -0,7\%$. Ce niveau de déformation est atteint, dans les échantillons n 56, n100 et n101, à une épaisseur de couche de l'ordre de 150 à 200nm. C'est précisément l'épaisseur à laquelle il y a « décollement » du tilt dans la couche n56, et changement de signe du tilt dans les couches n101, n100 et n104 (figures III-4 et 5). Cette remarque suggère que l'origine du tilt négatif au démarrage de croissance des rampes linéaires n100, 101 et 104 est la même que celle du tilt observé dans l'échantillon n55. Si on admet effectivement que l'épaisseur critique dans ces rampes linéaires est atteinte pour une déformation de l'ordre de $-0,7\%$, elle est d'emblée dépassée au tout début de la croissance dans le cas des couches n100 et n 104, comme le montre le tableau ci-dessous qui représente les valeurs de $\varepsilon_0(0)$ au démarrage de l'épitaxie pour ces différentes couches, en $z = 0$. Elle l'est peu en réalité pour l'échantillon n100 qui démarre avec un tilt initial de $-200''$, inférieur lui aussi et du même ordre de grandeur que

Chapitre 3 : Plasticité des rampes simples.

celui de l'échantillon n55, et opposé à l'offset du substrat. La cohérence de ces observations va de fait dans le sens d'un effet de l'offset du substrat au tout début de la croissance, comme l'avaient déjà rapporté Ayers et Legoues, déjà cités. Nous n'avons pas d'indication sur le fait que des sources de dislocations aient pu fonctionner au démarrage vers le substrat. Si les observations faites dans InGaAs/GaAs sont transposables à AlInAs, l'effet devrait se manifester dans la direction perpendiculaire [110] associée aux dislocations β . Cette hypothèse n'a pas été vérifiée.

Echantillon	n55	n56	n101	n100	n104
$\varepsilon_0(0)$ (%)	- 0,14	- 0,2	- 0,21	- 0,97	- 1,65

Tableau III-4 : Déformation totale des couches buffer $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{As}$ sur substrat GaAs calculée au démarrage de l'épitaxie ($z = 0$).

Le cas de l'échantillon n104 est différent. La valeur du saut de composition au départ ($\sim 22\%$) est très au dessus de l'épaisseur critique. Conformément à l'hypothèse de Ayers [Ayers1991], tous les systèmes de glissement sont probablement activés de façon équivalente dès le départ car très contraints. Ayers a montré dans ce cas que l'angle de tilt restait petit, la présence d'interactions entre systèmes de glissement sécants favorisant l'activation aisée des sources. Au contraire, lorsque seuls un ou deux systèmes de glissement (sur les quatre systèmes potentiellement actifs) sont activés, le tilt devient important dans la direction correspondante. On peut sans aucun doute interpréter de cette façon l'extension importante du tilt dans les échantillons n56, n100 et n101. Nous reviendrons au paragraphe III-5 sur un aspect quantitatif de ces extensions dans le cadre du modèle de Tersoff [Tersoff1993].

Pour conclure sur ce paragraphe, il est clair que quelle que soit l'interprétation que l'on peut donner du phénomène de tilt, celui-ci possède un caractère forcément aléatoire, non reproductible, de nature statistique, de par les mécanismes complexes de nucléation, de multiplication et d'interaction des dislocations dont il n'est que la résultante des effets. Dans les composés III-V, cette complexité est accrue par les différences profondes de comportement en glissement des dislocations α et β .

III.3. Influence des paramètres de croissance sur l'évolution de la relaxation

Nous développons plus avant dans ce paragraphe l'influence des paramètres de croissance (gradient de composition, démarrage de l'épitaxie, température, flux d'arsenic,...) sur l'évolution de la relaxation dans les couches traduites, on l'a déjà vu, par le tilt mais aussi par la déformation résiduelle ou de façon équivalente, par le taux de relaxation R mesuré en fin de rampe. L'effet du démarrage de l'épitaxie sur le tilt a déjà été abordé au paragraphe précédent. La description détaillée des structures a été donnée au début de ce chapitre. Pour mémoire, nous en résumons les caractéristiques essentielles. Ces échantillons se différencient par :

1. la composition au démarrage de la croissance :
 - 1% : n95, n101, n102
 - 10% : n94, n98, n99, n100
 - 18% : n103, n104
2. le gradient de composition :
 - 52-53%/μm : n94, n95
 - 35-40%/μm : n100, n101, n104
 - 29-31%/μm : n98, n99, n103
3. le nombre de cellules d'arsenic employées :
 - 1 cellule (1As) : n99, n100, n101, n103, n104
 - 2 cellules (2As) : n94, n95, n98

III.3.a Influence du gradient de composition

De nombreuses études ont été consacrées à l'influence du gradient de composition sur la relaxation des couches graduelles linéaires [Abrahams1969], souvent comparées aux rampes en marche d'escalier. Le but de ces études a surtout été d'analyser dans quelle mesure ce paramètre peut être optimisé pour une relaxation des contraintes la plus complète possible. La figure III-10 ci-dessous montre l'influence du gradient de composition sur le tilt des couches. Il est clair que le gradient n'a aucune influence sur le tilt induit par les dislocations β . A la dispersion des mesures près, l'ensemble des pointés se situe sur une ligne de pente

nulle, voire légèrement négative ($\sim 7''/\%/ \mu\text{m}$). Le comportement est différent pour les dislocations α . On note au contraire une dispersion importante des points représentatifs. Si on effectue une régression linéaire sur l'ensemble de ces points, y incluant l'échantillon n102 qui pourtant s'en écarte beaucoup, on trouve une dépendance moyenne croissante et sensiblement linéaire, de pente égale à $50''/\%/ \mu\text{m}$. Cette relation linéaire est attendue si, comme le montre l'équation III-4, la déformation totale $\varepsilon_0(z)$ induite par le gradient est entièrement ou presque compensée par les dislocations. La grande dispersion des valeurs de tilt (mesurées sur les plateaux), bien mise en évidence sur ce graphique, traduit bien le caractère aléatoire des mécanismes de sources de dislocations α et de l'activité des systèmes de glissement.

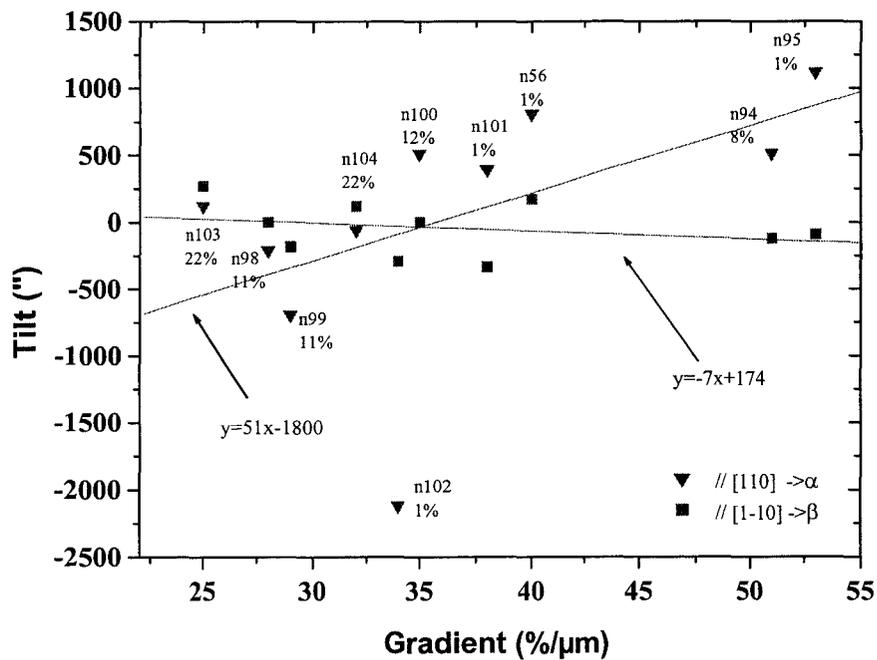


Fig. III-10 : Mesure du tilt dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ en fonction du gradient.

La figure III-11 montre l'influence du gradient sur la déformation résiduelle $\varepsilon_{//}$ mesurée en fin de rampe. Compte tenu de la dispersion des mesures, on peut, comme pour le tilt, quantifier une certaine indépendance de la déformation résiduelle et du taux de relaxation par rapport au gradient. Ceci est à peu près vérifié pour les deux directions $\langle 110 \rangle$. La valeur moyenne du nuage de points représentant la déformation résiduelle dans la direction $[110]$, c'est-à-dire associée au mouvement des dislocations α , est aux alentours de $-0,65\%$. On remarquera qu'elle est de l'ordre de grandeur de la déformation à laquelle l'épaisseur critique

pour le développement de la plasticité macroscopique est atteinte ($\sim -0,7\%$). La valeur moyenne dans la direction perpendiculaire, associée au mouvement des dislocations β , est de l'ordre de $-0,77\%$. Le fait qu'elle soit plus élevée que la précédente est bien en rapport avec une difficulté apparente plus grande des dislocations β à relâcher les contraintes, de par une activité de sources probablement moindre, et une mobilité plus réduite.

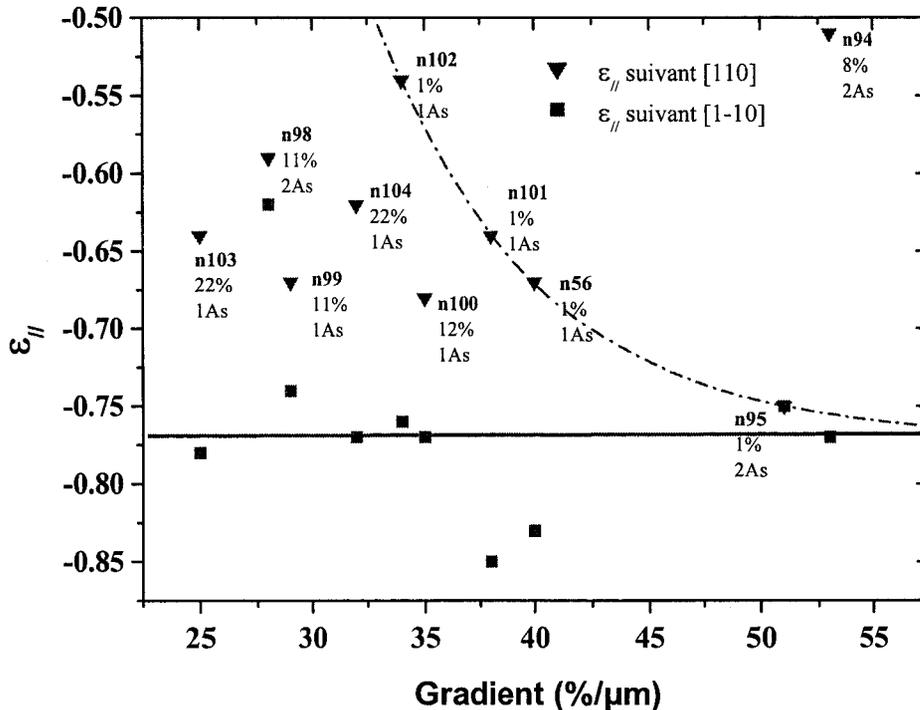


Fig. III-11 : Mesure de la déformation résiduelle en fonction du gradient.

La constatation faite que la déformation résiduelle ne dépend pas, en moyenne, du gradient n'évite pas pour autant le problème de la dispersion des pointés dès lors qu'il s'agit des dislocations α , et celui de la relative anisotropie que montre le taux de relaxation R mesuré dans les deux directions (tableau III-2b). Il est clair que l'anisotropie du taux de relaxation est une stricte conséquence de l'asymétrie des propriétés de glissement des dislocations α et β dans les différents plans. De plus, les situations que l'on décrit en terme de plasticité ne sont pas des situations d'équilibre, mais bien de dynamique de réponse du matériau, soumis par la croissance à des sollicitations en vitesse de déformation que l'on peut aisément calculer. Elles sont de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-6} s^{-1} . C'est typiquement l'ordre de grandeur des vitesses de déformation des essais standard à vitesse imposée que l'on réalise sur machine Instron pour les semiconducteurs massifs [Zongo1995], et dont on sait qu'elles

gènèrent des sous-structures de dislocations qui ne sont pas stabilisées aux contraintes imposées par la déformation. Nous verrons au chapitre IV une confirmation du caractère non stabilisé des structures de dislocations dans nos couches, que mettent en évidence des expériences de recuit. Ceci peut expliquer en partie la dispersion des mesures, en particulier pour les dislocations α .

S'agissant du gradient de composition, il faut cependant moduler le propos car dans le report des points sur la figure III-11, le gradient n'est pas l'unique paramètre qui évolue. En réalité, très peu d'échantillons sont directement comparables pour ce qui concerne le strict effet du gradient. A l'évidence, les échantillons qui ont subi un saut de composition qui les amène brutalement au-delà de l'épaisseur critique, suivi d'une rampe à gradient faible, ne peuvent pas être directement comparés, en terme de réponse plastique, aux échantillons qui ont subi une rampe graduelle certes de pente plus élevée mais avec démarrage à zéro ou presque zéro. Les sous-structures de dislocations ne sont pas les mêmes à l'arrivée. Si on tient compte de cet aspect, on peut faire une lecture différente de la figure III-11. Si on isole de l'ensemble des points ceux qui correspondent exclusivement aux rampes avec démarrage à 1%, celles qui n'ont pas dépassé d'entrée leur épaisseur critique (cf ci-dessus), on trouve une logique à la distribution de ces points : ils se situent sensiblement sur une hyperbole dont la loi mathématique de régression donne une valeur asymptotique aux gradients infinis de $-0,77\%$, c'est-à-dire la même valeur que la déformation résiduelle associée aux dislocations β , comme on l'a vu ci-dessus. Cette coïncidence ne peut pas être fortuite. On s'attend en effet, aux gradients très élevés, à ce que les contraintes appliquées sur les différents systèmes de glissement soient suffisantes pour « gommer » les effets d'asymétrie de mobilité entre dislocations α et β par le biais des glissements déviés multiples qui rééquilibrent l'activité dans les différents systèmes de glissement. Les observations par microscopie électronique en transmission du matériau GaAs fortement déformé [Rabier1987] montrent des densités de dislocations α et β tout à fait comparables et un développement relativement isotrope des sous-structures de déformation dans les différents plans.

L'alignement des points représentatifs des échantillons « comparables » sur la figure III-11 permet de visualiser, tout en les soulignant, plusieurs aspects du problème de la relaxation plastique de ces couches qui apparaissent ici évidents :

1. La loi hyperbolique souligne le fait bien connu dans les rampes graduelles que les relaxations les plus effectives sont obtenues avec les gradients les plus faibles. L'ordre

de grandeur de la valeur numérique – 0,77% obtenue de façon asymptotique à fort gradient pour les deux types de dislocations doit avoir une origine et un sens physique que nous n'avons pas pour le moment interprété.

2. Tous les points en dehors de cette ligne correspondent à des couches qui ont d'une façon ou d'une autre dépassé d'entrée l'épaisseur critique. Le caractère aléatoire des positions de ces points dans le diagramme est manifeste, et bien en rapport avec le caractère lui-même aléatoire du processus de relaxation dans ce cas, caractère souvent associé aux mécanismes d'interactions de blocage qui prennent le pas sur le mécanisme de glissement pur. Cette dispersion est aussi la mise en évidence de l'influence des conditions de croissance sur les processus de relaxation.
3. Ce sont les échantillons qui sont sur la loi hyperbolique, c'est-à-dire ceux qui démarrent presque au zéro de composition, qui présentent une anisotropie de relaxation dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ pratiquement la plus forte. Cela peut vouloir signifier que dans ces couches III-V, on ne peut pas à la fois gagner en taux de relaxation et obtenir une relaxation isotrope. Ces deux propriétés paraissent antinomiques. Elle sont ici aussi une conséquence des propriétés attachées aux dislocations α et β , qu'on ne retrouve pas dans le système SiGe/Si.

III.3.b Influence du saut de composition au démarrage

Cette influence a déjà été examinée pour le tilt. La figure III-12 montre l'influence de la composition au démarrage de l'épitaxie sur la déformation résiduelle dans le cas des échantillons n100, n101 et n104 (tableau III-3). L'allure générale de ces courbes montre dans chaque cas un point anguleux qui sépare deux domaines. Ces deux domaines sont le pendant des deux régimes de tilt observés dans le cas des rampes linéaires (figure III-5) et concernent les mêmes événements. La position du point anguleux correspond à la fin du régime de variation linéaire du tilt et à l'amorce du plateau. La partie droite et linéaire de ces courbes, qui correspond au plateau du tilt, s'identifie à la zone sans dislocations de Tersoff. La déformation résiduelle mesurée dans cette zone est en principe de nature purement élastique. Toutefois, la dispersion des pentes entre échantillons montre que ce n'est tout à fait le cas. On peut penser que des contraintes résiduelles subsistent, ne serait-ce qu'à cause d'une densité de dislocations émergentes sans doute plus importante que dans les autres cas, en particulier dans les échantillons avec des sauts de composition importants au départ, qui les apparente à des

rampes de composition constante fortement contraintes dont on sait qu'elles génèrent beaucoup d'émergentes.

En dessous du point anguleux s'observe le régime de plasticité proprement dit. On retrouve la forte anisotropie de comportement entre directions perpendiculaires déjà évoquée. L'allure de ces courbes est une manifestation directe, quantifiable, du stade de durcissement structural du matériau des couches, analogue à celui du stade I de déformation qui suit immédiatement la limite élastique dans les matériaux massifs. On notera au passage le cas remarquable de l'échantillon n100 dans lequel la déformation résiduelle reste constante et de faible valeur dans le stade I, ce qui traduit un glissement facile, sans durcissement. Cela signifie qu'il y a peu d'interactions bloquantes dans cet échantillon, sans doute parce que peu de vecteurs de Burgers ont fonctionné. On retrouve ici un résultat logique par rapport à l'évolution du tilt dans cet échantillon.

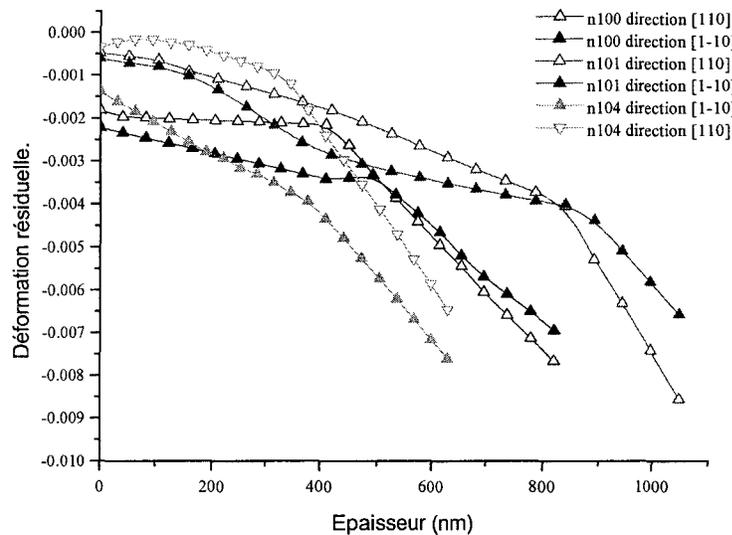


Fig III-12 : Influence de la composition au démarrage sur la déformation résiduelle mesurée dans les deux directions $\langle 110 \rangle$.

Démarrages à 1, 10 et 18 % d'In.

L'allure du profil de déformation résiduelle est par ailleurs intéressante dans le cas de l'échantillon n100 car il correspond très exactement au profil idéal du modèle de Tersoff (Paragraphe III-5).

D'une façon générale, on retrouve une déformation résiduelle plus importante pour les dislocations β . On peut observer qu'à l'inverse des rampes à saut de composition important au démarrage (n100 et n104), les rampes longues, donc « douces » (n101), montrent l'écart le

moins fort entre dislocations α et β . Les rampes les plus violentes au démarrage (n104) l'accentuent au contraire.

III.3.c Influence de la température de croissance

Le fait que la croissance de InAlAs à des températures supérieures ou égales à 450°C produise des couches rugueuses nécessite d'épitaxier le matériau en dessous de cette température [Valtueña1997]. Par ailleurs, en dessous de 400°C, la croissance de InAlAs est également rugueuse, probablement à cause de la trop faible mobilité des espèces sur une surface d'InAlAs très riche en aluminium au démarrage de la croissance de la rampe, ce qui justifie le choix d'une température voisine de 400°C, optimale pour la croissance bidimensionnelle du matériau. Afin d'analyser la rugosification de la surface liée à la présence de l'aluminium au démarrage de la croissance, nous avons également introduit des rampes de température durant la croissance de la rampe de composition InAlAs. Seule une analyse qualitative de comparaison entre morphologie de surface et cliché de RHEED en cours de croissance a pu être menée, par manque de temps. Les résultats sont résumés dans le tableau ci-dessous.

T début	T fin	RHEED début	RHEED fin	Surface
405°C	405°C	OK	OK	Cross-Hatch OK
405°C	435°C	OK	3D	Très rugueuse
405°C	500°C	OK	3D	Très rugueuse
430°C	410°C	OK	OK	Cross-Hatch OK
455°C	410°C	Légère dégradation Puis amélioration	OK	Cross-Hatch OK

Tableau III-5 : Influence de la température sur le RHEED et la morphologie de surface de rampes AlInAs.

Ils illustrent le fait que l'observation et le suivi en RHEED du caractère bidimensionnel ou non du dépôt des espèces en surface peut être mis en défaut. Dans cette étude, compte tenu de ces observations, la température d'épitaxie des rampes a été figée à la température de 405°C.

Du strict point de vue de la plasticité, pour GaAs et ses alliages, 400°C est une température relativement élevée à laquelle le mouvement des dislocations est encore très activé thermiquement [Rabier1990]. A 500°C, on entre dans le régime athermique de déformation.

III.3.d Influence du flux d'arsenic

Les échantillons n98 et n99 sont directement comparables pour ce qui concerne le gradient de composition et la composition au démarrage (11%). La croissance de l'échantillon n 98 s'est cependant effectuée sous un flux d'arsenic deux fois plus grand (2As, tableau III-1b) que celle de l'échantillon n99 (1As).

La figure III-13 montre l'évolution du tilt mesuré dans les deux directions $\langle 110 \rangle$. La différence de comportement entre les deux échantillons est remarquable. Dans le cas n99, on retrouve une évolution classique du tilt, comparable à celui de l'échantillon n100 pour ce qui concerne le saut de composition au démarrage. Mais ensuite, son gradient de composition est beaucoup plus faible, ce que traduit la pente faible en montée et un plateau à peine apparent. On remarquera que le tilt dû à l'activité des dislocations β suit ici la même courbe, mais en négatif. Cela traduit bien le fait, évoqué ci dessus, qu'une pente douce, donc associée à une vitesse de déformation très petite, permet de compenser dans le temps les différences de cinétique du mouvement des dislocations α et β , ce qui permet aussi aux mécanismes de sources de se rééquilibrer et conduit à une symétrisation de la relaxation. Ceci est bien visible ici sur les taux de relaxation.

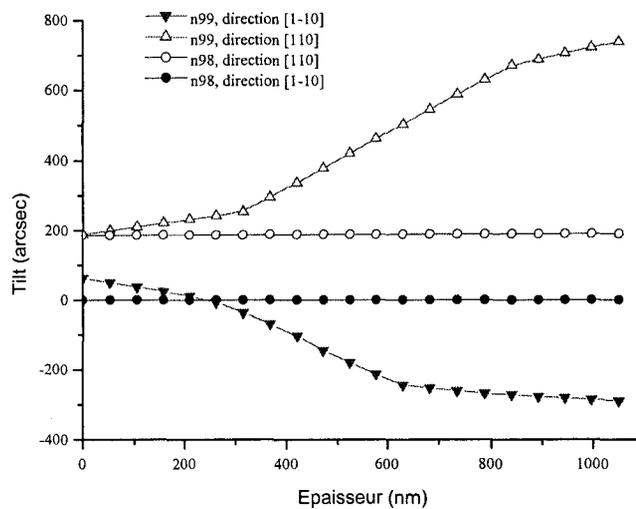


Fig III-13 : Influence du flux d'Arsenic sur le tilt mesuré dans les deux directions $\langle 110 \rangle$. Démarrages à 10 % d'In.

En revanche, lorsque l'on augmente la quantité d'arsenic, l'évolution du tilt devient insensible au gradient et de valeur constante, nulle pour les dislocations β , de valeur finie pour les dislocations α . Il est clair que les deux réseaux de dislocations sont perturbés par

cette condition de croissance. On n'observe pas d'anomalie sur la valeur du taux de relaxation dans ce cas (tableau III-2b).

La figure III-14 représente l'évolution de la déformation résiduelle en fonction de l'épaisseur pour ces deux échantillons. La comparaison des courbes amène plusieurs remarques :

1. Le comportement de l'échantillon n99 (1As) est tout à fait standard pour une composition au démarrage de 11%. Il sert ici de référence pour l'échantillon « 2As ».
2. L'échantillon n98 (2As) montre une évolution de la déformation résiduelle dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ comparable à celle de l'échantillon n100, de sorte qu'on peut difficilement relier l'influence du flux d'arsenic à une différence de comportement des dislocations α et β . On voit très clairement que c'est le réseau des dislocations β qui est ici aussi perturbé, mais ce n'est pas un comportement atypique qui serait associé strictement à l'arsenic. Si on regarde le comportement des échantillons n94 et n95, tous deux également « 2As », on ne voit pas de logique dans la comparaison des déformations résiduelles mesurées.

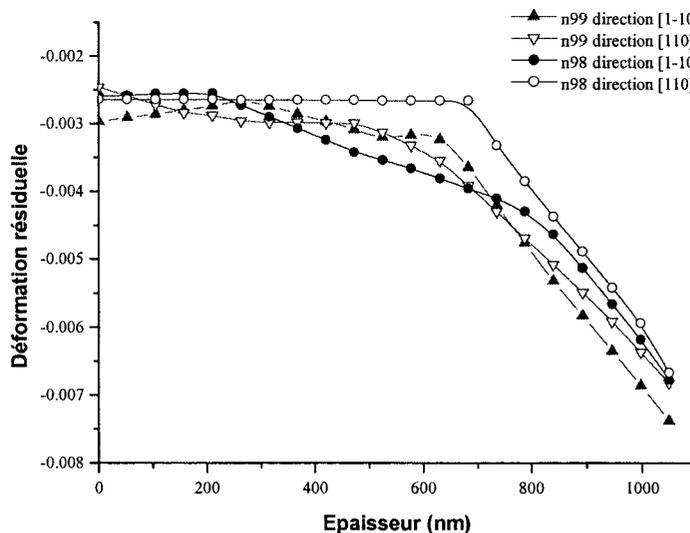


Fig III-14 : Influence du flux d'arsenic sur la déformation résiduelle mesurée dans les deux directions $\langle 110 \rangle$. Démarrages à 10% d'In.

La croissance EJM sous flux d'arsenic plus élevé est accompagnée d'une rugosité plus marquée de la surface comme l'indique le RHEED. Cela prouve que les conditions de

croissance sont modifiées. La modification peut porter sur une réduction du libre parcours moyen de diffusion à la surface des espèces III à cause de l'arsenic en excès, et donc modifier la vitesse de croissance. La vitesse de déformation « plastique » pourrait s'en trouver aussi modifiée. L'arsenic étant une impureté isoélectronique, il ne devrait pas a priori influencer en tant que dopant la vitesse des dislocations, sauf au voisinage de la surface où l'arsenic peut diffuser localement dans le cœur du segment émergent mobile qui « tire » la dislocation de misfit. Il n'est pas facile de savoir, par manque d'éléments de comparaison, si le mouvement du segment émergent sera accéléré ou décéléré en présence d'un excès d'arsenic. Le comportement particulier du tilt suggère un glissement plus facile qui concerne essentiellement les dislocations α : c'est la seule différence avec l'échantillon n100 pour ce qui concerne l'évolution du tilt. On notera que le glissement des dislocations α en mode « glide » nécessite de couper et de reformer des liaisons As dans le cœur de la dislocation [Hirth et Lothe1968].

IV. Influence des paramètres de croissance sur la morphologie de surface

La plupart des hétérostructures semi-conductrices contraintes développent une morphologie de surface particulière appelée « cross-hatch » lorsque leurs épaisseurs dépassent les épaisseurs critiques pour la multiplication des dislocations. Le « cross-hatch » est défini par une succession de vallées et de crêtes alignés suivant les directions $\langle 110 \rangle$. Il a été observé dans de nombreux systèmes tels que SiGe/Si [Hsu1992], [Lutz 1995], [Li1998], [Boyd1996], GaAs/Si [Nishioka1987], InGaAs/GaAs [Yoon1993], [Chang1992b], [Beanland1995].

L'apparition d'une telle morphologie de surface ne dépend pas des techniques d'élaboration. Elle s'observe dans les couches de composition constante comme dans les couches de composition graduelle. L'apparition d'un « cross-hatch » est dans tous les cas liée à la génération de dislocations dans la couche [Kishino1972], [Fitzgerald1992], [Boyd1996]. Il n'est pas visible à l'échelle macroscopique lorsque les couches ne possèdent pas un nombre de dislocations de misfit suffisant ni lorsque les couches croissent de manière tridimensionnelle.

Récemment, Gonzales *et al.* ont montré que le « cross-hatch » apparaissait de fait dès le tout début de la relaxation par le premier mécanisme de Matthews (allongement à l'interface des dislocations préexistantes du substrat) [Gonzales 2001].

Toutefois, malgré ces évidences, l'origine de la formation de cette morphologie de surface reste controversée. De nombreuses interprétations ont été données :

- Des marches atomiques en surface provenant de la génération et du glissement des dislocations [Celi1993], [Shiryaev1995]. Ces auteurs estiment que les morphologies de surface observées peuvent être décrites simplement par la géométrie du glissement des dislocations de type 60° . La nucléation et le glissement de dislocations 60° dans un même plan de glissement engendrent des marches dont les hauteurs vont s'additionner.
- Des différences de vitesses de croissance dues à des changements locaux du champ de contrainte engendré par les dislocations enterrées [Samavedam1997]. La diffusion des espèces III et V en surface va permettre aux atomes de trouver une zone moins contrainte, donc plus favorable à leur incorporation. La contrainte provient dans ce cas du champ de contrainte à longue distance engendré par les dislocations. Samavedam et Fitzgerald ont mis en évidence une relation entre une décroissance locale de la vitesse de croissance et une augmentation de la profondeur du « cross-hatch ». Ils ont montré de plus, dans le système SiGe/Si, que l'interaction de la morphologie de surface avec les champs de contrainte des dislocations enterrées conduisait à la formation d'empilements de dislocations qui provoquaient à leur tour une décroissance locale de la vitesse de croissance. Valtuena *et al.* [Valtuena1997] ont observé de tels empilements dans des rampes GaInAs épitaxiées à 500°C , mais ce phénomène n'était plus visible à 450°C .

Ces deux interprétations sont actuellement admises avec toutefois une préférence pour la seconde confortée par des études effectuées par MFA qui ont montré que l'espacement entre dislocations était beaucoup plus important que l'espacement entre vallées [Boyd1996]. Récemment, Andrews *et al.* ont montré, par simulation de Monte Carlo, qu'à la fois la formation des marches en surface par les dislocations et l'écoulement latéral des espèces diffusantes le long des marches étaient nécessaires pour décrire les ondulations de surface observées [Andrews2000].

IV.1. Influence du démarrage.

Nous avons regardé l'influence du démarrage de l'épitaxie sur la morphologie de surface des trois échantillons précédemment décrits (n100, n101, n104). La figure III-15 présente les morphologies de surface des échantillons n100, et n101 observées par MFA. Les deux directions privilégiées $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$ sont particulièrement visibles.

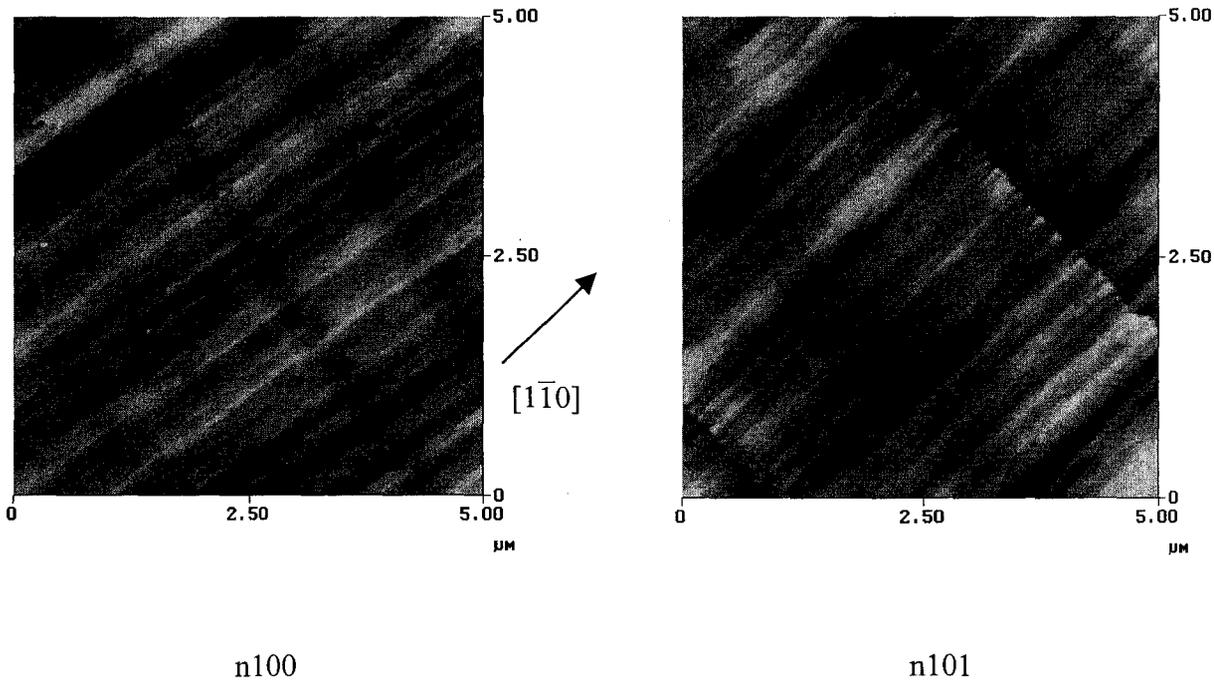


Fig. III-15 : Images MFA en hauteur de deux échantillons avec des compositions différentes au démarrage (11% pour n100 et 1% pour n101).

Dans ces échantillons, à l'ondulation alignée suivant la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$, se superposent deux types de reliefs caractéristiques dans la direction perpendiculaire :

- Des fronts de croissance, d'une hauteur de 8nm en moyenne. Cela s'apparente à une interruption de la diffusion en surface s'effectuant de façon privilégiée dans la direction $[110]$.
- Des marches de glissement engendrées par le passage d'une ou de plusieurs dislocations.

Outre la description qualitative des défaut observés, une indication intéressante de la rugosité peut être obtenue en mesurant l'écart quadratique moyen le long d'une ligne transverse au relief. Les résultats sont reportés dans le tableau III-6. Ils confirment la très grande anisotropie au niveau de la morphologie de surface apparente sur la figure III-15. La

rugosité moyenne mesurée suivant $[1\bar{1}0]$, c'est-à-dire le long des vallées les plus marquées, est beaucoup plus faible que celle mesurée dans la direction perpendiculaire. La direction $[1\bar{1}0]$ est précisément la trace des dislocations α .

Echantillon	n101	n100	n104
Flux d'As	1	1	1
Gradient % In/ μm	39	39	37
Démarrage	1%	11%	22%
Rugosité suivant $[110]$ nm	3,2	4,4	3,7
Rugosité suivant $[1\bar{1}0]$ nm	2,1	2	2,6
Densité de marches / μm	0,56	0,78	0,99

Tableau III-6 : caractéristiques des morphologies de surface d'échantillons dont on a fait varier la composition au démarrage.

La comparaison des résultats présentés dans ce tableau est intéressante. Si l'évolution de la densité de marches est bien en rapport avec la composition au démarrage, en revanche la rugosité moyenne paraît en être indépendante. La densification des marches en surface traduit un épaissement des lamelles de glissement, analogue à l'épaississement des bandes de Lüders dans les matériaux massifs au fur et à mesure que la déformation progresse. L'épaississement des lamelles de glissement n'est pas pour autant corrélé à une augmentation de la rugosité car en général l'activité du glissement diminue à l'intérieur de chaque lamelle par suite des effets du durcissement. Ceci peut expliquer la relative insensibilité du niveau de rugosité aux conditions du démarrage, mais pas l'anisotropie marquée de la morphologie de surface. Ainsi, dans ces rampes de composition en InAlAs, le « cross-hatch » pourrait ne pas avoir comme unique interprétation la présence de marches atomiques en surface générées par la nucléation et le glissement des dislocations au cours de la croissance.

Le signe de la marche peut être déterminé par le contraste MFA engendré par celle-ci. En regardant la densité de marches en surface, mesurée sur une diagonale de $7\mu\text{m}$ sur plusieurs images, nous n'avons pas mis en évidence la prédominance d'un système puisque les proportions de lignes de vecteur de Burgers dirigé vers le haut ou vers le bas sont sensiblement équivalentes.

La figure III-16 montre une augmentation remarquablement linéaire du nombre de marches lorsque la composition au démarrage croît. Cette relation linéaire n'est pas interprétée pour le moment.

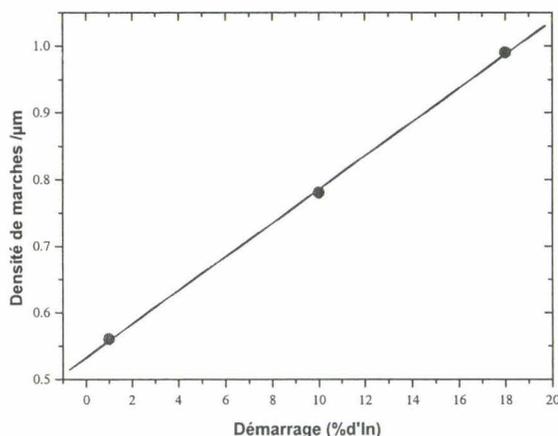


Fig. III-16 : Densité de marches en surface en fonction de la composition d'In au démarrage pour les échantillons (n100, n101, n104). Chaque point a été obtenu en mesurant la densité de marches observées sur cinq images.

IV.2. Influence du flux d'arsenic

La figure III-17 montre les morphologies de surface des échantillons n94, 95, 98 (2As) et n100, 101, 102, 103 et 104 (1As) (tableau III-1b) vues en MFA (mode signal d'erreur). On note une différence importante entre les deux types d'échantillons, à savoir la présence de fronts de croissance dans les échantillons présentant un flux plus faible d'arsenic (échantillons 1As), et leur absence dans les échantillons soumis à un flux d'arsenic plus élevé (échantillons 2As). Ces fronts sont parallèles à la direction $[110]$. Leur présence suggère une relation avec la tendance qu'ont les dislocations β à se regrouper en murs, de par leur plus faible mobilité (Paragraphe III-2.C).

Sur les images MFA, nous avons reporté les valeurs des angles de rotation des couches (tilt) dans les deux directions $[110]$ (chiffre de gauche) et $[1\bar{1}0]$ (chiffre de droite). Le cas des échantillons n98 et n99 est intéressant car les démarrages et les gradients de composition y sont identiques (Tableau III-2b). La seule différence provient du tilt dans la direction $[1\bar{1}0]$ qui est dû précisément aux dislocations β . Toutes choses égales par ailleurs, la comparaison des deux images associe très clairement l'existence des fronts à la présence d'un tilt non nul. Par ailleurs, la succession des images relatives aux échantillons 1As montre qu'il y a une corrélation entre la structure de ces fronts (nombre, hauteur) et la valeur du tilt.

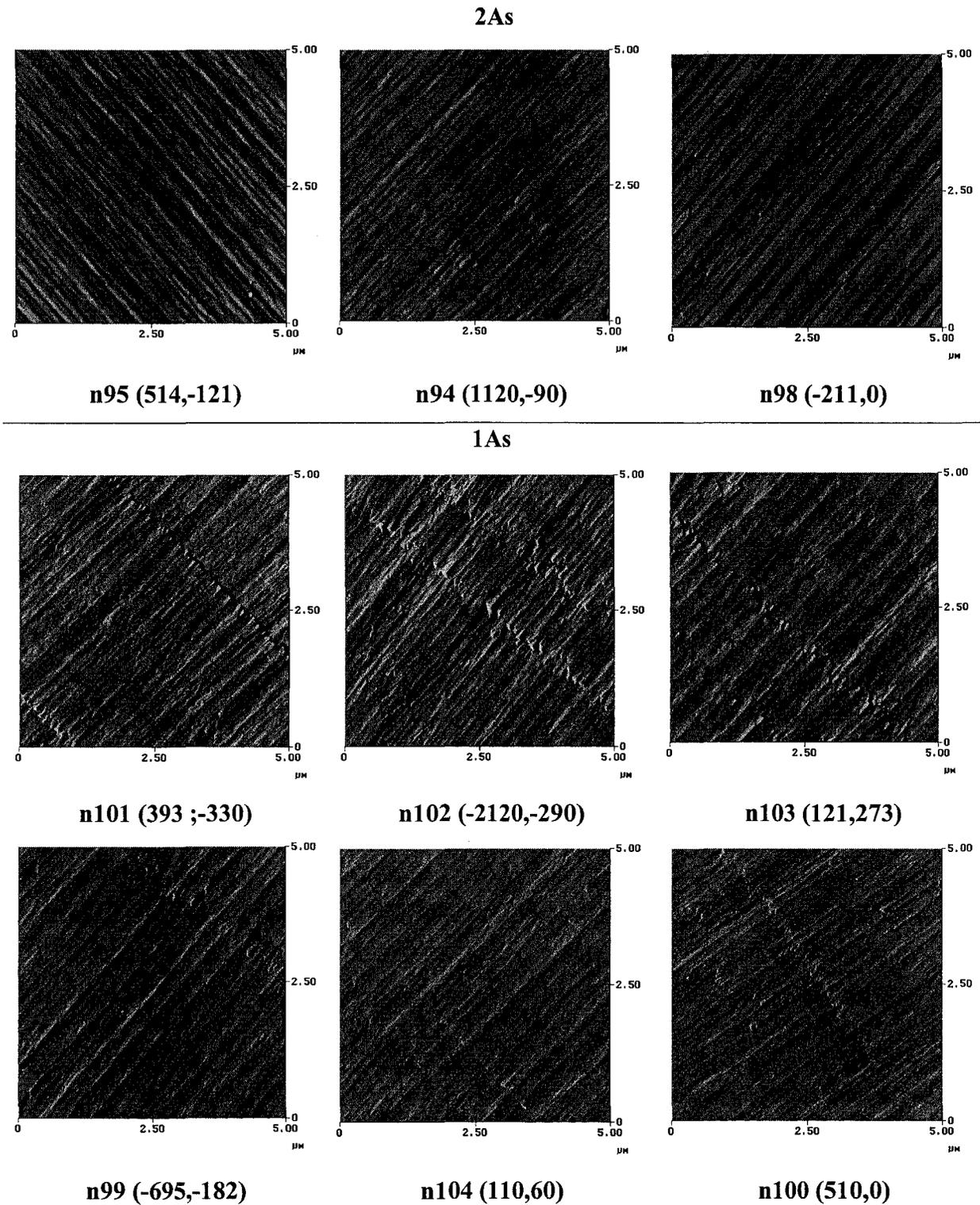


Fig. III-17 : Images MFA en mode signal d'erreur des échantillons n94, n94 , n98 (2As) et n99, n100, n101, n102, n103 n104 (2As)

On peut d'abord noter la disparition des fronts de croissance lorsque deux cellules d'arsenic sont employées au cours de la croissance. De même, pour l'échantillon n98, la rugosité mesurée suivant $[1\bar{1}0]$ est de l'ordre de 1,4 nm contre 1,7nm pour l'échantillon n99. L'augmentation de la pression partielle d'arsenic dans la phase vapeur a eu pour effet de lisser la surface. Comme nous l'avons déjà dit, en augmentant le flux d'arsenic, on diminue la mobilité des espèces en surface et on peut modifier l'incorporation des adatoms en bord de marche [Toyoshima1993]. Or, la direction $[1\bar{1}0]$ apparaît comme privilégiée dans ce cas car elle présente en surface des marches terminées arsenic qui capturent efficacement les adatoms (Chapitre I) : une augmentation du flux d'arsenic peut donc diminuer la mobilité de surface des adatoms et améliorer leur incorporation dans cette direction, ce qui limite la rugosité. A l'inverse, les marches terminées par les éléments III dans la direction $[110]$ voient certains de leurs sites d'incorporation bloqués par l'excès d'arsenic, entraînant une rugosité d'autant plus grande dans la direction $[110]$ (3,9 nm pour n99 contre 6,1nm pour n98).

L'interprétation d'Andrews est peut-être une bonne alternative pour expliquer la morphologie de surface de nos échantillons [Andrews2000]. Lorsque la relaxation plastique apparaît, la nucléation et le glissement des dislocations créent des marches en surface. En l'absence de transport latéral de matière, les marches demeurent. Leur épaisseur reste constante avec localement des variations de hauteur dues à la fois aux cisaillements et aux champs de contraintes élastiques engendrés par les dislocations sous-jacentes. De larges ondulations se développent lorsqu'il y a transport latéral de matière, avec une tendance à éliminer les marches en surface. Ceci peut être une explication à la présence de marches uniquement dans la direction $[110]$, direction des marches terminées III. Le lissage local, (sommet d'une crête) mais aussi la rugosification à plus grande échelle, sont alors dus à une variation latérale d'épaisseur de la couche (Figure III-23).

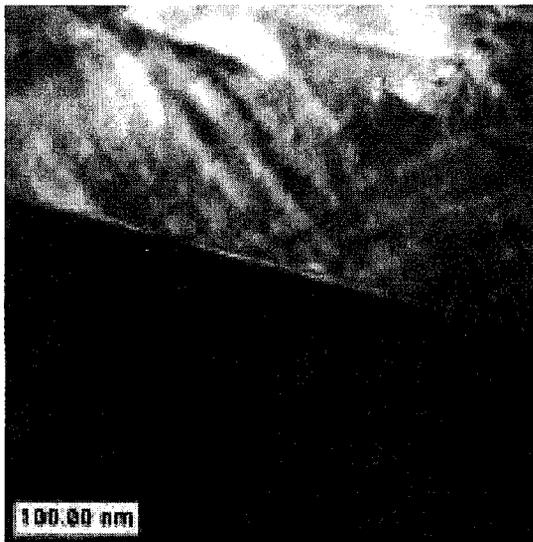
IV.3. Une morphologie de surface à plus petite échelle.

En microscopie électronique en transmission, on observe un contraste caractéristique d'une modulation de composition. Une telle modulation de composition a déjà été observée par Grenet *et al.* [Grenet1998] ou Brault *et al.* [Brault1999] dans InAlAs en accord de paramètre de maille sur InP. L'interprétation donnée à cette modulation est un contraste élastique dû aux différences de paramètres de maille entre les zones riches en indium et les zones plus riches en aluminium. Marty [Marty1998] a montré que la modulation s'effectuait

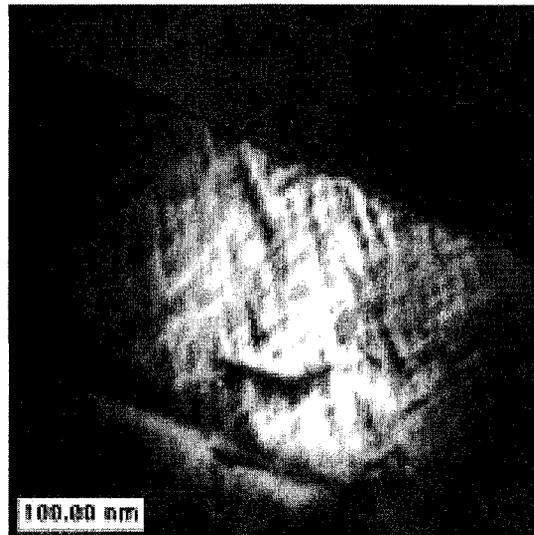
par agencement de clusters de dimension 20nm dans les directions $[001]$ et $[1\bar{1}0]$ et de 4nm dans la direction $[110]$. Ainsi, même en l'absence de contrainte de désadaptation de paramètre, le matériau InAlAs présente une tendance à la décomposition en ses éléments binaires constituants. Cette tendance est commune à tous les matériaux ternaires III-V. Elle est effectivement très marquée dans InAlAs. Elle traduit une instabilité thermodynamique de l'alliage, d'autant plus marquée qu'on se rapproche d'une limite de démixtion. Ce phénomène est accéléré par la contrainte.

Récemment, Brault *et al.* [Brault2000] ont montré qu'il était possible d'obtenir des modulations de composition dans des directions différentes de $[001]$ en utilisant la croissance d'îlots. Des zones riches en aluminium auraient tendance à s'agencer sur les facettes (113) des îlots.

Dans nos échantillons, on observe dans la zone exempte de dislocations des contrastes constitués de chevrons (Figure III-18).



a) direction $[110]$



b) direction $[1-10]$

Fig. III-18 : Image MET en champ noir $\langle 220 \rangle$ de l'échantillon n99 (1As)

La particularité de cette modulation réside en deux points :

- Ses traces sur les micrographies:
 - suivant $[1\bar{1}0]$: plans (111)
 - suivant $[110]$: plans (112)
- Sa périodicité:
 - suivant $[1\bar{1}0]$: 20-25 nm
 - suivant $[110]$: 30-35 nm

Lorsque l'on augmente le flux d'arsenic, on observe une évolution non pas au niveau des plans sur lesquels la décomposition apparaît mais au niveau des périodicités mesurées pour l'échantillon n98:

- Sa périodicité
 - suivant $[1\bar{1}0]$: 20-25 nm
 - suivant $[110]$: 50-70 nm

Une augmentation du flux d'arsenic engendre par conséquent un accroissement des distances caractéristiques de la décomposition uniquement dans la direction $[110]$.

Bien que nous n'ayons pas réussi à mettre en évidence une telle périodicité à la surface au moyen de la MFA, on peut rapprocher la faible sensibilité de la période selon $[1\bar{1}0]$ à la faible évolution de rugosité relevée par MFA. De même dans la direction $[110]$, on peut faire le rapprochement entre l'augmentation de rugosité et celle de la période. On sait d'après Priester et Grenet [Priester2000] que la rugosité de surface joue un rôle important dans la modulation de composition de AlInAs, et notamment les marches générées. Notons que ce phénomène est lié à la température. Lorsque l'on fait croître une couche de composition constante au-dessus de la rampe de composition, et que l'on augmente la température du substrat de 405 à 500°C pendant la croissance, on observe une disparition du contraste lié à la décomposition pour des températures comprises entre 450°C et 500°C.

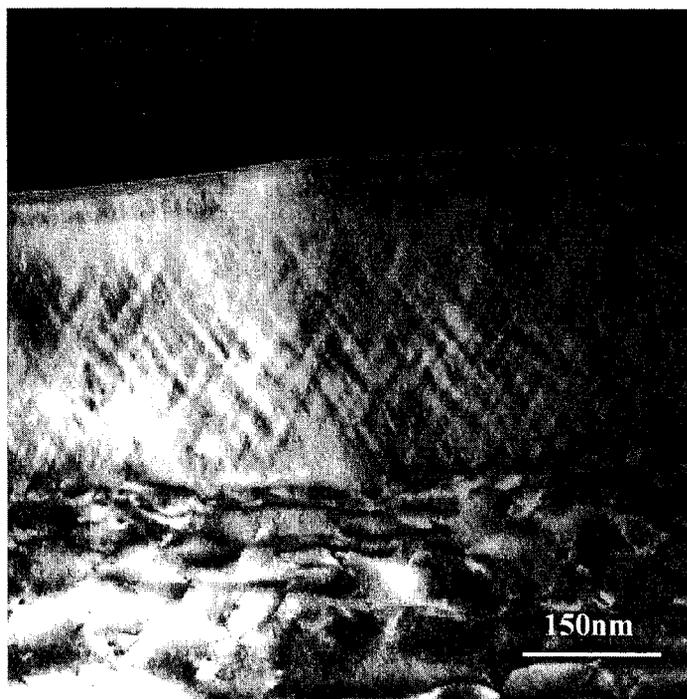


Fig III-19 : Image MET en champ noir $\langle 220 \rangle$ d'un échantillon dont la température de croissance a augmenté en cours de croissance.

Cela signifie qu'à ces températures de croissance, la décomposition devient évanescence, avec des dimensions trop faibles pour être observées par MET. Oustric [Oustric1996] a montré qu'une telle température de transition existait aux environs de 475°C lorsqu'une couche d'InAlAs était épitaxiée en accord de paramètre de maille sur InP. La figure III-19 confirme le résultat obtenu.

Ces observations ne contredisent pas ce qui est observé pour InAlAs adapté en maille sur InP, à savoir que InAlAs a une forte tendance à la décomposition (d'autant plus forte que la température est basse), et que la rugosité est un moteur pour cette décomposition qui a lieu à partir de la surface. Les contraintes en bord de marche, probablement à l'origine des dislocations, s'en trouvent certainement modifiées, de même que le glissement de ces dernières dans ce milieu hétérogène. Cela pourrait expliquer les différences de comportement vis-à-vis de la relaxation lorsque cette modulation de composition est modifiée. Un changement de pression d'arsenic est un moyen d'y parvenir, la température également.

Il est difficile d'apprécier ici le rôle que peut jouer une telle décomposition sur la cinétique de relaxation par dislocations et sur les mécanismes qui la contrôlent. C'est un paramètre supplémentaire dont l'étude sort du cadre de ce travail. L'importance du phénomène visible sur la figure III-19, sans doute amplifié par la relaxation purement

élastique de la couche dans cette zone, mériterait sans doute une analyse plus approfondie, en particulier à l'aide de la microscopie électronique en transmission.

V. Discussion

Peu de modèles dans la littérature ont cherché à décrire le domaine de relaxation plastique qui suit le passage à l'épaisseur critique. La plupart des modèles se sont focalisés sur la compréhension des phénomènes physiques à l'origine du « retard » constaté du passage à l'épaisseur critique macroscopique, c'est-à-dire mesurable, par rapport aux prévisions des modèles statiques (chapitre I). Principalement deux modèles décrivent le comportement plastique des structures multicouches, l'un de nature phénoménologique qui est celui de Dunstan [Dunstan1991,1994,1996], l'autre d'approche plus physique qui est celui de Tersoff [Tersoff1993]. Plus récemment, Romanato a repris le formalisme du modèle de Dunstan en s'appuyant sur une étude plus ancienne de Drigo [Drigo1989] et en l'appliquant au cas de rampes continues $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ de différentes formes [Romanato1999]. Tous ces modèles, qui ont pour l'essentiel porté sur des rampes de composition constante ou graduelle InGaAs sur substrat GaAs , sont basés sur l'hypothèse que le profil de densité de dislocations est proportionnel au gradient de désadaptation c'est-à-dire au gradient de composition, et que les lois expérimentales observées pour les couches de composition constante pouvaient s'appliquer aux couches de composition graduelle. Dans ce qui suit, nous ne détaillons que les modèles de Dunstan et de Tersoff.

V.1. *Le modèle de Dunstan*

Le modèle de Dunstan [Dunstan1994] est une extension aux structures multicouches d'un modèle géométrique de relaxation plastique dans les couches simples de composition constante [Dunstan 1991]. La question posée était de comprendre comment une structure simple relaxe ses contraintes en cours de croissance et comment se comportent en relaxation les couches sous jacentes lorsqu'on empile des couches les unes sur les autres.

Dans le cas d'une couche simple de composition constante, le modèle s'appuie sur un fait expérimental observé dans $\text{InGaAs}/\text{GaAs}$, à savoir que le produit de l'épaisseur critique macroscopique h_{cr} par la déformation initiale ε_0 est une constante, soit :

$$h_{cr} = \frac{k}{\varepsilon_0} \quad \text{Equation III-9}$$

k est appelée **constante de relaxation**. Sa valeur est $k=0,83 \pm 0,1$ nm pour l'hétérostructure $\text{InGaAs}/\text{GaAs}$. Dunstan et al. ont montré par ailleurs l'absence de discontinuité, au niveau de

la relaxation, de la loi ci-dessus lorsque l'épaisseur critique est dépassée, à savoir :

$$\varepsilon = \frac{k}{h} \quad \text{Equation III-10}$$

avec la même valeur de la constante k .

Le passage du modèle à une couche simple à un modèle à plusieurs couches de compositions constantes se fait par l'intermédiaire de la déformation moyenne ε_{moy} :

$$\varepsilon_{\text{moy}} = \frac{\sum_{i=1}^n \varepsilon_i h_i}{\sum_{i=1}^n h_i} \quad \text{Equation III-11}$$

où n est le nombre de lamelles d'épaisseurs h_i et de déformation ε_i .

Le modèle « multicouches » de Dunstan généralise les équations III.10 et III.11 en posant

$$\sum_{i=1}^n \varepsilon_i h_i = k \quad \text{Equation III-12}$$

Ainsi, l'état de relaxation d'une structure multicouche est tel que la **somme** sur toutes les couches des produits de leur déformation par leur épaisseur est une **constante**. C'est une relation importante qui, si elle est vérifiée, permet de calculer l'état de déformation moyen de la structure et de remonter aux déformations individuelles.

De ce postulat, Dunstan a tiré un certain nombre de règles érigées en forme d'axiomes [Dunstan1996] :

1. Si les déformations élastiques des différentes lamelles sont toutes de même signe, la relaxation plastique débutera toujours à l'interface la plus enterrée.
2. Le processus de relaxation plastique s'effectue couche par couche. Il ne s'initie dans les couches supérieures que lorsque les premières couches sont entièrement relaxées, et à chaque fois que l'épaisseur critique de la partie non relaxée est atteinte. Il se traduit par l'accumulation de dislocations de désadaptation de réseau dans les interfaces successives relaxées au fur et à mesure de la croissance.
3. En fin de croissance, il reste nécessairement près de la surface des couches non relaxées dans lesquelles une déformation résiduelle importante, de nature purement élastique, subsiste.

S. Trudel [Trudel1997] a fait une compilation exhaustive des résultats publiés par différents auteurs pour le système InGaAs/GaAs, en application de l'équation III.12. Les valeurs de k sont certes relativement dispersées, mais se situent autour d'une valeur moyenne $k = 0,85 \pm 0,11$ nm. Rien n'indique cependant que la valeur de k soit réellement indépendante du nombre de couches déposées, comme le stipule l'équation III.12. Par ailleurs, l'un des

axiomes de Dunstan, à savoir qu'une couche est toujours entièrement relaxée quand elle est relaxée, est discutable. L'expérience montre au contraire que les couches profondes continuent de se relaxer plastiquement au fur et à mesure que de nouvelles couches sont déposées par dessus.

L'extension du modèle de Dunstan (Equation III-12) aux couches de composition graduelle est immédiate :

$$\int_{z=0}^h \varepsilon(z) dz = k \quad \text{Equation III.13}$$

où $\varepsilon(z)$ est un profil de déformation arbitraire dans une structure d'épaisseur totale h .

Le modèle prévoit en particulier dans ce cas, comme le confirme la microscopie électronique en transmission, que dans une rampe graduelle les premières dislocations de misfit nucléées se propagent jusqu'au substrat, là où la contrainte est en principe nulle au démarrage de l'épitaxie.

V.2. Le Modèle de Tersoff

Le modèle de Tersoff est une extension du modèle de Dunstan aux rampes graduelles linéaires, lorsqu'on fait tendre l'épaisseur h_i de chaque lamelle vers zéro. Cela revient à considérer un nombre quasi infini d'interfaces dans lesquelles les dislocations introduites par la relaxation plastique vont pouvoir se distribuer. Ce modèle repose sur une base plus physique que celui de Dunstan. Il part des constatations suivantes :

1. dans une structure graduelle continue, chaque couche atomique est désadaptée par rapport à la couche située immédiatement en-dessous. Les dislocations de misfit qui se génèrent à chaque interface, conformément au modèle de Dunstan, ne doivent pas se rencontrer. Les interactions entre dislocations sécantes sont minimisées, voire négligeables.
2. comme la contrainte augmente avec l'épaisseur z , il existe une force toujours croissante pour éliminer les bras mobiles, minimisant ainsi la densité de dislocations émergentes et limitant les interactions de blocage.

L'énergie élastique totale de la structure se compose ainsi de deux termes :

- Une énergie élastique due aux réseaux de dislocations de misfit qui sont apparues dans l'épaisseur de la couche.

- Une énergie élastique due à la déformation élastique résiduelle dans la couche.

Soit :

$$E = 2 \cdot E_d \int_0^w \rho(z) dz + c \cdot \int_0^w \left\{ \varepsilon_0(z) b_e \int_0^z \rho(\xi) d\xi \right\}^2 dz \quad \text{Equation III-14}$$

Dans cette expression, $\rho(z)$ est la densité de dislocations par unité de surface dans une section droite à la distance z du substrat, supposée la même dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ du plan de croissance. c est un module élastique ($c=2\mu(1+\nu)/(1-\nu)$) et b_e est la composante efficace du vecteur de Burgers dans le plan de l'interface. w est l'épaisseur totale de la couche.

Dans ce modèle, l'énergie E_d de ligne des dislocations est supposée constante. C'est une approximation qui suppose que la distance d'écrantage des champs de contraintes des dislocations est la distance moyenne entre celles-ci. C'est une approximation justifiée si les dislocations se répartissent uniformément dans l'épaisseur de la couche.

La minimisation de l'énergie élastique totale par rapport à la densité de dislocations conduit à la distribution $\rho(z)$ de dislocations à l'équilibre, soit :

$$\rho(z) = \frac{\varepsilon'}{b_e}, \quad 0 \leq z \leq z_c \quad \text{Equation III-15}$$

où $\varepsilon' = d\varepsilon/dz$ est le gradient de déformation dans l'épaisseur z de la couche.

L'équation III-15 prédit, en accord avec le modèle de Dunstan, que la densité de dislocations $\rho(z)$ qui s'instaure dans la couche s'adapte pour compenser toute déformation résiduelle jusqu'à l'épaisseur z_c (relaxation totale) au delà de laquelle il n'y a plus de dislocations.

La frontière entre les deux domaines est définie par la relation :

$$\int_{z_c}^w (\varepsilon_0(z) - \varepsilon_0(z_c)) dz = \frac{E_d}{b_e c} = k_1 \quad \text{Equation III-16}$$

L'équation III-16 n'est autre qu'une généralisation de l'équation III .12 de Dunstan des structures multicouches en escalier. Elle suggère de poser

$$k_1 = E_d/b_e \cdot c \quad \text{Equation III-17}$$

Accessoirement, cette relation fournit ainsi à la constante k un contenu plus physique.

Dans le cas de la rampe simple, linéaire, on peut poser

$$\varepsilon_0(z) = \varepsilon' \cdot z \quad \text{Equation III-18}$$

et ε' est constant si on suppose que la loi de Vegard s'applique. Dans ces conditions, la densité de dislocations est constante dans l'épaisseur de la rampe, de 0 à z_c , adaptée de façon

à y annuler toute déformation résiduelle. Cette situation est décrite sur la figure III-20 ci-dessous.

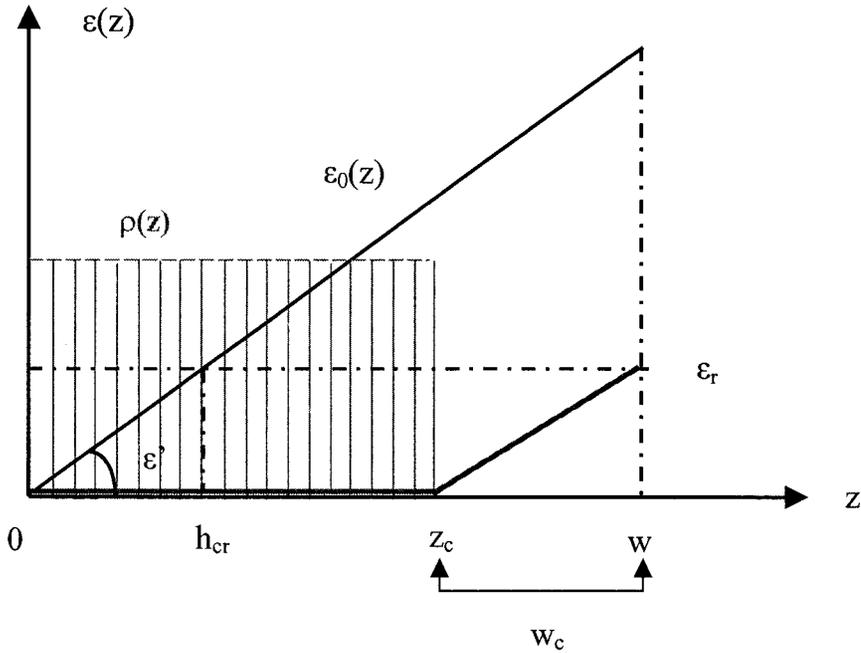


Fig.III-20 : Modélisation de la déformation résiduelle dans le cas d'une rampe simple, selon Tersoff. $\varepsilon_0(z)$ est la déformation initiale imposée par la rampe linéaire. $\rho(z)$ est la densité de dislocations de misfit supposée constante dans l'épaisseur de la rampe, jusqu'à la cote z_c .

Ce modèle, simplifié dans sa forme et ses hypothèses, a l'avantage de conduire à des relations analytiques simples, facilement manipulables. De la relation III-16, en appelant w_c l'épaisseur de la zone sans dislocations (« épaisseur » de Tersoff), on déduit :

$$w_c = \sqrt{\frac{2k_1}{\varepsilon'}} \quad \text{Equation III-19}$$

L'équation de la rampe s'écrit simplement :

$$w \cdot \varepsilon' = z_c \cdot \varepsilon' + \varepsilon_r$$

où $w \cdot \varepsilon' = \varepsilon_0(z)$ est la déformation élastique totale, $z_c \cdot \varepsilon'$ est la partie relaxée par les dislocations et ε_r est la déformation résiduelle mesurée à la surface de la rampe. La combinaison de ces équations conduit à :

$$\varepsilon_r = w_c \cdot \varepsilon' = (2k_1 \varepsilon')^{1/2} \quad \text{Equation III-20}$$

L'équation III-20 est intéressante. Comme le montre la figure III-20, si l'équilibre thermodynamique de la couche est préservé pendant la croissance, la zone de Tersoff se réplique identique à elle-même au fur et à mesure de la croissance, et en particulier au tout

début de la croissance. L'épaisseur critique macroscopique h_{cr} devrait donc s'identifier à w_c (figure III-20).

Remarque : Le modèle de Tersoff permet de traiter le cas d'une rampe avec plateau de composition constante en fin de rampe ou avec décrochement de composition et plateau (Chapitre IV). Dans le cas d'un décrochement de composition, la valeur du décrochement est ajustée de façon à compenser très exactement la déformation résiduelle ε_r , soit $\Delta\varepsilon_0 = -w_c \cdot \varepsilon'$. Dans ces conditions, la contrainte résiduelle est en principe nulle dans le plateau qui suit le décrochement. C'est le critère métamorphique.

V.3. Comparaison à nos résultats

Nous avons appliqué le modèle de Tersoff à nos propres résultats, en nous limitant au cas des dislocations α . Le modèle de Tersoff, dans sa simplicité, ne fait pas de différence entre les dislocations alignées dans les directions [110] et [1-10]. Il s'applique en toute rigueur au système SiGe/Si. L'évolution de la déformation résiduelle dans nos couches (figures III-12 et III-14) suggère que le modèle devrait pouvoir s'appliquer aux dislocations α pour lesquelles les effets de durcissement paraissent minimisés. Nous avons déjà illustré le cas des échantillons n55 (rampe sub-linéaire) et n56 (rampe linéaire) en ce qui concerne l'évolution des densités de dislocations dans l'épaisseur de la rampe (Figure III-9). Aux incertitudes expérimentales près, on peut considérer que ces densités sont uniformes et constantes, sauf dans une zone au voisinage des surfaces, conformément au modèle. Ceci est également corroboré par toutes les observations de microscopie électronique qui montrent dans les rampes linéaires des densités relativement uniformes réparties dans l'épaisseur, et une zone libre de dislocations près des surfaces. La figure III- 21 illustre cette propriété dans le cas de la rampe sub-linéaire n55 (cross section).

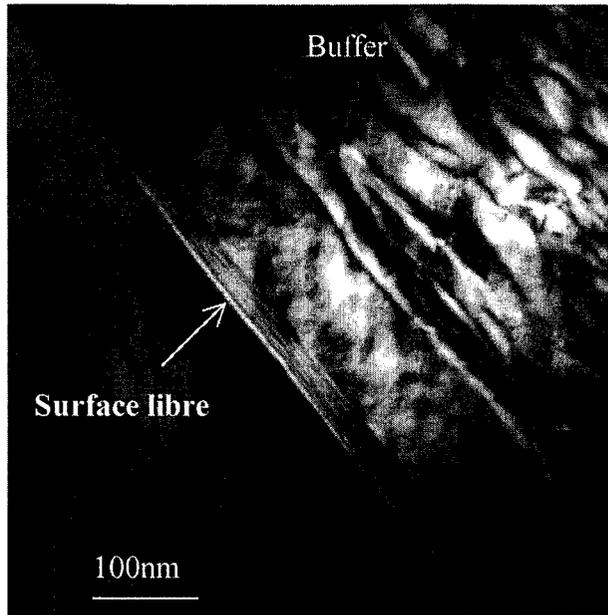


Fig III-21 : Image en champ noir (220) en cross-section (1-10) de l'échantillon n55

Toujours pour les échantillons n55 et n56, la figure III-22 montre l'évolution des déformations résiduelles en fonction de l'épaisseur.

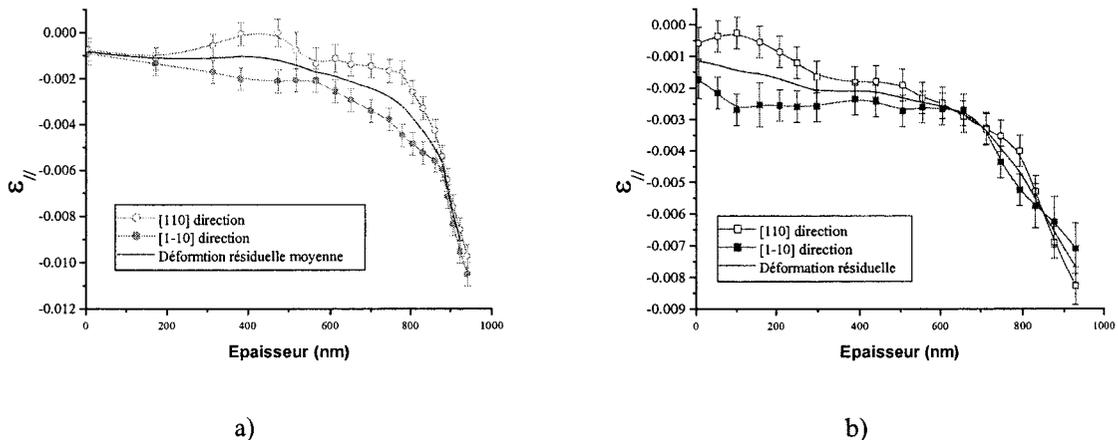


Fig III-22 : Evolution de la déformation résiduelle dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ pour les échantillons n55(a) et n56(b)

L'allure de ces courbes n'est pas tout à fait conforme au modèle de Tersoff dans la mesure où elle met en évidence des effets de durcissement qui ne sont pas pris en compte dans le modèle. A l'échelle du micron d'épaisseur, la pente du durcissement reste cependant faible, en moyenne. Nous allons voir, sur quelques exemples, que le modèle décrit assez bien les spécificités de nos échantillons, en terme de relaxation, et qu'il complète en particulier les

informations apportées par l'évolution du tilt (paragraphe III- 2C). Les résultats sont regroupés sous forme de tableaux.

Le tableau III- 7 montre la remarquable corrélation que l'on peut obtenir entre les mesures de diffraction X et les images obtenues par MET pour les épaisseurs des zones de Tersoff dans le cas des échantillons n55 et n56.

	TEM	Cartographie X
n55	140 ± 20 nm	130 ± 50nm
n56	225 ± 25 nm	235 ± 50nm

Tableau III- 7 : Comparaison entre les mesures effectuées par Microscopie Electronique en Transmission et par Cartographie de Réseau Réciproque.

Le tableau III- 8 compare les valeurs d'épaisseurs libres de dislocations mesurées (figures III- 4, III-5 III-12 et III-14) avec celles déduites du modèle de Tersoff , et les valeurs de k_1 correspondantes (Equations III-19 et III-20). Parmi ces couches, seules n56 et n101 correspondent à des couches avec démarrage à 1%, c'est-à-dire à des niveaux de contrainte bien en dessous de l'épaisseur critique mesurable. On remarquera l'excellent accord obtenu dans ce cas avec la constante de Dunstan déterminée pour le système InGaAs/GaAs. Pour l'échantillon n101, l'accord est aussi remarquable si on compare w_c à la longueur du plateau de tilt (figureIII-5), ce qui apporte a posteriori une justification à l'interprétation physique de l'origine du plateau. L'accord entre le modèle et le MET ou la cartographie est aussi remarquable pour l'échantillon n56. Il n'est pas cohérent cependant avec la longueur mesurée du tilt dans ce cas (~ 370 nm). On peut mettre en avant ici l'imprécision sur le début du plateau, comme le montre la figure III-4.

Tous les autres cas correspondent à des démarrages au-delà de l'épaisseur critique (Paragraphe III.2.C), pour lesquels le modèle de Tersoff ne peut clairement pas s'appliquer. Il est curieux de constater cependant l'excellent accord obtenu entre les valeurs calculées de l'épaisseur de la zone de Tersoff et les longueurs mesurées déduites des courbes de tilt pour les échantillons n104 et n99. Dans le cas des échantillons n56 et n100 pour lesquels l'écart est important et du même ordre de grandeur (~ 120 nm), les pentes de montée du tilt sont fortes (figure III-4) et le tilt ne devient positif qu'à une épaisseur de l'ordre de 120 nm précisément dans les deux cas. Cela peut traduire une erreur systématique de zéro dans le relevé des points de cartographie. De même, si on se réfère à la figure III-12 qui montre l'évolution de la

déformation résiduelle dans les couches n100, n104, et même n101, un durcissement que le modèle de Tersoff ne prend pas en compte apparaît dans le domaine plastique. A ce niveau, on ne peut pas dire pourquoi le modèle de Tersoff, dans sa simplicité, rend compte d'évolutions plastiques qui sortent du champ de ses hypothèses. Le cas de la constante de Dunstan est plus clair. Le modèle de Dunstan est un modèle multicouches qui intègre a priori le cas des couches avec saut de composition au démarrage. On peut assimiler ces couches à l'empilement d'une couche de composition constante et d'une couche graduelle. Dans le modèle de Dunstan, la couche de composition constante va relâcher brutalement ses contraintes car elle est au-delà de l'épaisseur critique (cas des couches n100, n104, n99). Ce sont vraisemblablement des cas pour lesquels une relaxation initiale instantanée a engendré d'entrée de nombreuses interactions entre dislocations émergentes, et des contraintes résiduelles qui ont continué à évoluer en profondeur au fur et à mesure de la croissance de la rampe. Ceci est cohérent avec les observations d'autres auteurs [Trudel , déjà cité] qui ont montré dans ce cas des valeurs croissantes de la constante k , en rapport avec un nombre de couches plus élevé. On notera ici par analogie que l'évolution du facteur k_1 est en rapport direct avec l'épaisseur des couches incriminées.

Echantillon	n56	n100	n101	n104	n99
Epaisseur (μm)	0,98	0,82	1,05	0,63	1,05
$\varepsilon' = d\varepsilon/dz$ ($\times 10^{-2}$) / μm	-2,64	- 2,37	- 2,67	- 2,13	- 1,94
ε_r mesuré ($\times 10^{-2}$)	- 0,67	- 0,68	- 0,64	- 0,62	- 0,67
$w_c = \varepsilon_r / \varepsilon'$ (nm)	254	287	240	291	345
Longueur mesurée des plateaux de tilt (nm)	370	400	250	280	350
Valeur de k_1 (nm)	0,85	0,97	0,835	0,9	1,15

Tableau III- 8 : Application du modèle de Tersoff à quelques rampes simples.

VI. Bibliographie du chapitre III

[Abrahams1969]

M.S. Abrahams, L.R. Weisberg, C.J. Buiochi et J. Blanc
J. Mat. Science **4**, p. 223 (1969)

[Andrews2000]

Andrew *et al.*
Appl. Phys. Lett. **77**(23), p. 3740 (2000)

[Ayers1991]

J.E. Ayers, S.K. Ghandhi et L.J. Schowalter
J. Cryst. Growth **113**, p. 430 (1991)

[Boyd1996]

A.R. Boyd T.B. Joyce et R. Beanland
J. Cryst. Growth, **164**, p. 51 (1996)

[Beanland1995]

R. Beanland *et al.*
J. Cryst. Growth **149**, p. 1 (1995)

[Brault1999]

J. Brault *et al.*
J. Cryst. Growth **201/202**, p. 1176 (1999)

[Brault2000]

J. Brault *et al.*
Appl. Surf. Sci. **162**, p. 584 (2000)

[Celii1993]

F.G. Celii, L. A. Files-Sesler, E. A. Beam et H.-Y Liu
J. Vac. Sci. Technol. A **11**(4), p. 1796 (1993)

[Chang1992a]

J.C.P. Chang et K.L. Kavanagh
Mat. Res. Symp. Proc. **263**, p. 457 (1992)

[Chang1992b]

K.H. Chang, J. Chen, J.M. Fernandez, H.H. Wieder et K.L. Kananagh
Appl. Phys. Lett. **60**, p.1129 (1992)

[Drigo1989]

A.V. Drigo *et al.*
J. Appl. Phys. **66**, p. 1975 (1989)

[Dunstan1991]

D.J. Dunstan *et al.*
Appl. Phys. Lett. **59**, p. 3390 (1991)

[Dunstan1994]

D.J. Dunstan *et al.*
Appl. Phys. Lett. **65**,p. 839 (1994)

[Dunstan1996]

D.J. Dunstan
Phil. Mag. A **73**(5), p. 1323 (1996)

[Fitzgerald1989]

E.A. Fitzgerald *et al.*
J. Appl. Phys. **65**, p. 2220 (1989)

[Fitzgerald1991]

E.A. Fitzgerald *et al.*
Appl. Phys. Lett; **59**,p. 811 (1991)

[Fitzgerald1992]

E.A. Fitzgerald *et al.*
Appl. Phys. Lett. **61**, p. 174 (1992)

[Gonzales2001]

M.U. Gonzales, Y. Gonzales, L. Gonzales, M. Calleja et J.A. Sanchez-Gil
J. Appl. Phys. **89**(5), p.2665 (2001)

[Grenet1998]

G. Grenet *et al.*
Appl. Surf. Sci. **123**, p. 324 (1998)

- [Hirth et Lothe1968]
J.P. Hirth et J. Lothe
Theory of dislocations, Mac Graw Hill (1968)
- [Hirth et Lothe1982]
J.P. Hirth et J. Lothe
Theory of dislocations, 2nd ed. Wiley-Interscience (1982)
- [Hsu1992]
J.W. Hsu, E. A. Fitzgerald, Y.H. Xie, P.J. Silverman et M.J. Cardillo,
Appl. Phys. Lett., **61**, p. 1293 (1992)
- [Kavanagh1988]
K.L. Kavanagh, *et al.*
J. Appl. Phys. **64**, p. 4843 (1988)
- [Kesteloot1981]
R. Kesteloot
Thèse de troisième cycle Lille1 (1981)
- [Kishino1972]
S. Kishino, M. Ogirima et K. Kurata
J. Electrochem. Soc. **119**, p. 618 (1972)
- [Lefebvre1991]
A. Lefebvre, C. herbeaux et J. di Persio
Phil. Mag. A **63**, p. 471 (1991)
- [Lefebvre1994]
A. Lefebvre et C. Uhlaq-Bouillet
Phil. Mag. A **70**(6), p.999 (1994)
- [Legoues1991]
F. K. Legoues, B.S. Meyerson, et J.F. Morar
Phys. Rev. Lett. **66**, p. 2903 (1991)
- [Legoues1992]
F. K. Legoues, B.S. Meyerson, J.F. Morar et P.D. Kirchner
J. Appl. Phys. **71**, p. 4230 (1992)
- [Legoues1993a]
F.K. Legoues, P.M. Mooney et J.O. Chu
Appl. Phys. Lett. **62**(2), p. 140 (1993)
- [Legoues1993b]
F.K. Legoues, P.M. Mooney et J. Tersoff
Phys. Rev. Lett. **71**(3) 396 (1993)
- [Li1998]
H. Li, G. Springholz, F. Schäffer et G. Bauer
J. Vac. Sci. Technol. B **16**, 1610 (1998)
- [Lutz1995]
M.A. Lutz *et al.*
Appl. Phys. Lett. **66**(6), p. 724 (1995)
- [Marty1998]
O. Marty
Thèse de l' Université Claude Bernard Lyon I
- [Mooney1994]
P. M. Mooney, F. K. LeGoues, J. Tersoff et J.O. Chu
J. Appl. Phys. **75**(8), p. 3968 (1994)
- [Nagai1974]
H. Nagai,
J. Appl. Phys. **45**, p. 3789 (1974)
- [Nishioka1987]
T. Nishioka, Y. Itoh A. Yamamoto et M. Yamaguchi
Appl. Phys. Lett. **51**, p. 1928 (1987)
- [Olsen1975]
G.H. Olsen and R.T. Smith,
Phys. Stat. Sol. (a) **20**, p. 63 (1975)
- [Olsen1996]
J.A. Olsen *et. al.*
J. Appl. Phys. **79**, p. 3578 (1996)
- [Oustric1996]

Chapitre 3 : Plasticité des rampes simples.

M. Oustric,
Thèse de l'Ecole Centrale de Lyon (1996)

[Pasek1991]

A. Pesek *et al.*
Semicond. Sci. Technol. **6**, p. 705 (1991)

[Priester2000]

C. Priester et G. Grent
Phys. Rev. B **61**(23), p. 16029 (2000)

[Romanato1999]

F. Romanato, E. Napolitani, A. Carnera et A. V. Drigo
J. Appl. Phys. **86**(9), p. 4748 (1999)

[Rabier1987]

J. Rabier et A. George.
Rev. Phys. appl. **22**, p. 1327 (1987)

[Rabier1990]

J. Rabier et P. Boivin
Phil. Mag. A **61**, p.673 (1990)

[Samevedam1997]

S.B. Samevedam et E.A. Fitzgerald
J. Appl. Phys. **81**(7), p. 3108 (1997)

[Shirayev1995]

S.Y. Shiryaev , *et al.*
J. Cryst. Growth **157** (1995) 132

[Tersoff1993]

J. Tersoff
Appl. Phys. Lett, **62** (1993) 693

[Toyoshima1993]

H.Toyoshima *et al*
J. Appl. Phys. **73**(5), p. 2333 (1993)

[Trudel1997]

S. Trudel,
Thèse de l'Université de Lille1 (1997)

[Uhaq-Bouillet1993]

C. Uhaq-Bouillet et A. Lefebvre,
Philos. Mag. A **68**, 1273 (1993)

[Uhaq-Bouillet1994]

C. Uhaq-Bouillet, A. Lefebvre et J. Di Persio
Phil. Mag. A**69**(5), p.995 (1994)

[Valtuena1997]

J.F. Valtuena *et al.*
J. cryst. Growth **182**, p. 281 (1997)

[Westwood1993]

D.I. Westwood, D.A. Wolf, A. Vornet et J.R. Morante
J. Appl. Phys. **74**(3), p.1731 (1993)

[Yoon1993]

M. Yoon *et al.*
Appl. Phys. Lett. **68**(1),p. 16(1996)

[Zongo1995]

I. Zongo
Thèse de l'Université de Lille1, 1990.

Chapitre IV :

***Caractérisation du matériau InAlAs
métamorphique sur GaAs :
applications aux HEMT's.***

<u>I.</u>	<u>INTRODUCTION</u>	137
<u>II.</u>	<u>CARACTERISATION STRUCTURALE DE PLATEAUX METAMORPHIQUES</u>	
II.1.	INFLUENCE D'UN DECROCHEMENT DE COMPOSITION	139
II.1.A	Intérêt d'un décrochement de composition	139
II.1.B	Echantillons étudiés.	140
II.2.	RESULTATS DE CARTOGRAPHIE DE L'ESPACE RECIPROQUE ET DE MET	141
II.3.	CORRELATION ENTRE LES MORPHOLOGIES DE SURFACE ET L'ETAT DE	
CONTRAINTES DANS LE PLATEAU		148
II.3.A	Résultats expérimentaux	148
II.3.B	Origine des défauts dans les plateaux épitaxiés à 500°C	152
II.4.	CONCLUSION	155
<u>III.</u>	<u>APPLICATION A LA REALISATION DE STRUCTURES HEMTS AVEC OU</u>	
	<u>SANS DECROCHEMENT DE COMPOSITION : PROPRIETES STRUCTURALES</u>	
	<u>COMPAREES ET PERFORMANCES</u>	
III.1.	ECHANTILLONS ETUDIES	156
III.2.	RESULTATS DE CARTOGRAPHIE DE L'ESPACE RECIPROQUE	159
III.3.	MORPHOLOGIES DE SURFACE	167
III.4.	RESULTATS DE MESURES HALL	170
III.5.	CONCLUSION	172
<u>IV.</u>	<u>MESURE DE COMPOSITION DANS LE CANAL $IN_YGA_{1-Y}AS$ DU HEMT</u>	
IV.1.	DESCRIPTION DE LA STRUCTURE TEST	173
IV.2.	MESURES EFFECTUEES PAR	
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION		173
IV.3.	DESCRIPTION DES CARTOGRAPHIES DE L'ESPACE RECIPROQUE	176
IV.4.	COMPARAISON AVEC LA MET ET DISCUSSION	178

<u>V. INFLUENCE DES RECUITS SUR LE COMPORTEMENT ELASTOPLASTIQUE DES HEMTS $\text{In}_{0.42}\text{Al}_{0.58}\text{As}$ METAMORPHIQUES</u>	
V.1. RECUITS REALISES	180
V.2. RESULTATS	182
<u>VI. EMPILEMENT DE DEUX HEMTS METAMORPHIQUES SUR UN MEME SUPPORT</u>	
VI.1. DESCRIPTION DE LA STRUCTURE	186
VI.2. RESULTATS DE CARTOGRAPHIE X	190
VI.2.A Evolution de la déformation résiduelle dans l'épaisseur	191
VI.2.B Evolution de la densité de dislocations en fonction de l'épaisseur	193
VI.3. CONCLUSION	197
<u>VII. CONCLUSION DU CHAPITRE IV</u>	199
<u>VIII. BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE IV</u>	200

I. Introduction

Au cours du chapitre précédent, nous avons vu qu'il était possible de faire varier fortement les caractéristiques de structures épitaxiées en jouant sur les conditions de croissance. Nous avons ainsi montré que les rampes linéaires en composition permettaient de limiter le nombre de dislocations à proximité de la surface tout en relaxant la contrainte de désadaptation. Cette propriété a été utilisée pour faire croître des couches $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$ relaxées (avec x de 33% à 52%) sur un substrat GaAs. Nous étudions dans ce chapitre les propriétés structurales de ces couches InAlAs en principe métamorphiques. La principale application en sera le HEMT décrit au chapitre I.

Le chapitre IV s'articule autour de cinq points :

1. Afin de faire croître le canal InGaAs du HEMT dans de bonnes conditions, il est nécessaire d'utiliser une température de croissance de 500°C (chapitre I). Les barrières de confinement étant assurées par le matériau InAlAs dans ce composant, il émerge a priori une incompatibilité lors de la croissance de l'hétérostructure. En effet, dans le chapitre III, nous avons fixé la température de croissance des rampes InAlAs à 400°C , température optimale pour l'épitaxie de ce matériau dans les conditions de contraintes imposées par une rampe. Une étude préliminaire a donc été nécessaire afin de caractériser le matériau InAlAs épitaxié à 500°C sur une rampe de composition à 405°C . Dans cette partie de chapitre, nous mettons en évidence une façon d'accroître le degré de la relaxation des couches afin de tendre réellement vers le caractère métamorphique, ceci grâce à un décrochement de composition. Nous abordons aussi l'influence de la température.
2. Une étude de transistors HEMTs avec des compositions en indium fixées à 33% est ensuite présentée. Il s'agit d'une application du paragraphe précédent. En effet, dans ces structures composant, nous montrons que les couches tendent réellement vers le caractère métamorphique grâce au décrochement de composition. Nous évaluons l'influence de ce paramètre sur les propriétés électriques du composant.
3. Le paragraphe III est consacré à l'exposé d'une méthode de mesure originale qui permet de remonter à la mesure de la composition en indium dans le canal InGaAs : celui-ci est trop mince pour pouvoir donner un signal de diffraction X. Toutefois, nous montrons que l'association de la cartographie et de la microscopie électronique permet d'obtenir cette

information avec une excellente précision. L'exemple choisi est un HEMT dont la composition est visée à 33% d'indium.

4. Trois compositions ont été plus particulièrement étudiées:

- 33% : pour profiter du maximum de discontinuité de bande de conduction entre InAlAs et InGaAs, ce qui maximise le nombre d'électrons transférés dans le puits pour former le gaz 2D (transistors de puissance) [Cordier1999]
- 52% : composition de référence car adaptée en maille avec InP, pour profiter de l'amélioration du transport des électrons dans $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$ (transistors faible bruit) [Bollaert2001].
- 42% : cette composition est un compromis entre les deux situations précédentes. [Bollaert2000]

Nous traitons dans la quatrième partie de ce chapitre de la composition 42% pour laquelle une étude préliminaire sur l'influence des recuits après la croissance s'est avérée particulièrement intéressante.

5. Enfin, l'utilisation de recuits pendant la croissance a permis l'empilement de deux HEMTs de compositions différentes. L'empilement de deux matériaux métamorphiques de paramètres de maille différents présente deux intérêts. D'une part, cela permet l'intégration sur un même substrat de deux composants aux utilisations potentielles différentes. D'autre part, l'étude de cette structure sert à tester le comportement des rampes dans un cas particulièrement difficile.

II. Caractérisation structurale de plateaux métamorphiques

II.1. *Influence d'un décrochement de composition*

II.1.a Intérêt d'un décrochement de composition

L'étude effectuée sur la relaxation de rampes simples de composition graduelle montre clairement que la contrainte due à la désadaptation de paramètre de maille n'est pas entièrement relaxée. En surface, nous mesurons une déformation résiduelle de l'ordre de 0,6% à 0,8% qui dépend fortement des conditions de croissance (voir Chap. III). Cette déformation résiduelle ressort logiquement dans tous les modèles décrivant la relaxation dans les rampes simples (ex. [Tersoff1993]).

Afin de réduire les contraintes dans le plateau InAlAs, Molina *et al.* [Molina1995] ont, les premiers, étudié l'effet d'un décrochement de composition en fin de rampe (figure IV-1a), ajusté de façon à annuler l'effet des contraintes résiduelles dans la zone de Tersoff (Figure IV-1b). Les dislocations de désadaptation de réseau vont s'agencer au voisinage du substrat et relaxer toute la contrainte (figure IV-1a), alors qu'une zone près de la surface reste exempte de dislocations ; cette zone n'est pas relaxée plastiquement. Afin de contrebalancer cette déformation résiduelle, un saut de composition est alors effectué. Sur la figure IV-1b, ce décrochement de composition est supposé parfaitement ajusté pour annuler la déformation résiduelle dans la fin de la rampe de composition. De l'ajustement de la valeur du décrochement dépend l'état de contrainte final. Un décrochement trop faible conduit à un plateau contraint en compression ; un décrochement trop important engendre une contrainte de tension.

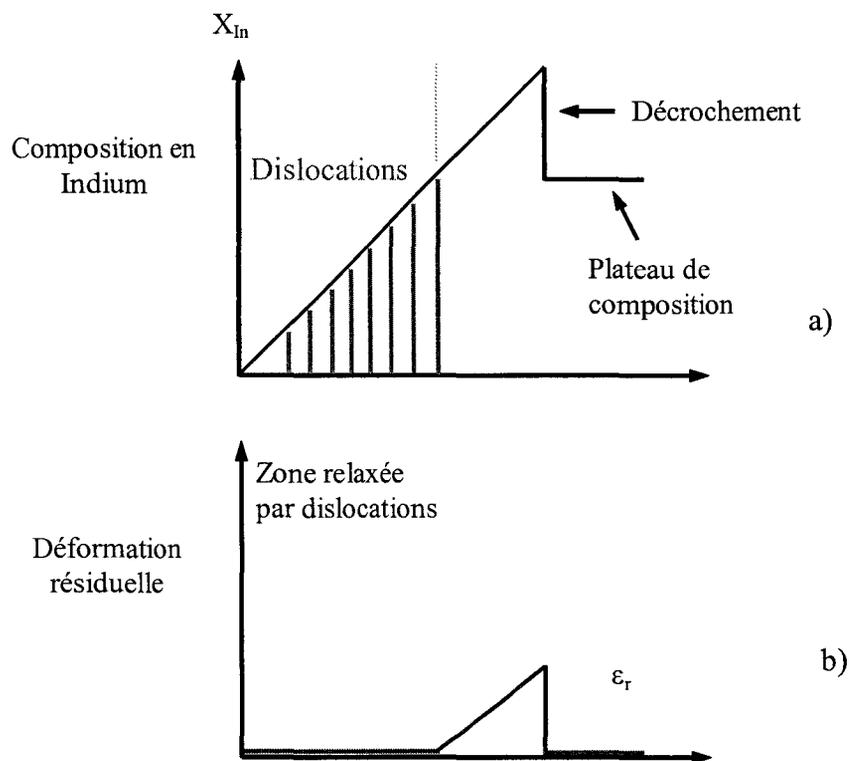


Fig IV-1 : Effet d'un décrochement de composition sur la contrainte résiduelle mesurée dans le plateau.

- a) Profil de composition dans la structure
- b) Profil de déformation résiduelle selon Tersoff. Le saut de composition est supposé parfaitement ajusté pour annuler la déformation résiduelle du plateau

II.1.b Echantillons étudiés.

Le Tableau IV-1 présente l'ensemble des caractéristiques des échantillons étudiés. Les échantillons n58, n59, n60, n61, n62 sont des échantillons possédant des plateaux de composition constante d'épaisseur 300nm. Ils ont été élaborés à une température de substrat de 490°C, c'est-à-dire 85°C plus chaude que la température de croissance de la rampe. La croissance du plateau de l'échantillon n4 a été effectuée à plus basse température (400°C).

Ces échantillons possèdent tous des buffers linéaires sauf l'échantillon n58 qui est composé d'une rampe sous-linéaire de composition (voir chapitre II). Les épaisseurs des buffers varient de 0,7 μ m (n61) à 1,2 μ m (n4). La composition au démarrage de la croissance est de 1% d'indium pour tous les échantillons.

Les plateaux ont tous une épaisseur visée de 300nm et les compositions visées étaient de 30%.

**Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs :
applications aux structures transistors HEMTs .**

Tous ces échantillons ont un décrochement de composition dont les valeurs visées varient de 6 à 11%. La figure IV-1a donne une représentation schématique de la structure de ces échantillons.

Echantillons :	n4	n58	n59	n60	n61	n62
Rampe*	2	1	2	2	2	2
Epaisseur de rampe (µm)	1,2	1,04	0,95	0,9	0,7	1,05
Epaisseur du plateau (nm)	300	300	300	300	300	300
Compositions visées en fin de rampe	40	41	41	39	41	38
Compositions visées dans le plateau	30	30	30	30	30	32
Température de croissance de la rampe	405°C	405°C	405°C	405°C	405°C	405°C
Température de croissance du plateau	410°C	490°C	490°C	490°C	490°C	490°C

Tableau IV-1 : Caractéristiques visées des échantillons

* : une rampe de type 1 est une rampe sous-linéaire ; une rampe de type 2 est une rampe linéarisée

II.2. Résultats de cartographie de l'espace réciproque et de MET.

Les résultats obtenus sur cette série d'échantillons sont regroupés dans le tableau IV-2.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs :
applications aux structures transistors HEMTs .

Echantillons		n4	n58	n59	n60	n61	n62
Compositions							
FR*		32%	39,5%	39%	37,5%	39,1%	38%
P**		22,2%	31,2%	29,5%	29%	29,4%	33,1%
Gradient (%/μm)		27	-	40	40	54,4	35,2
Décrochement		9,8%	8,3%	9,5%	8,5%	9,7%	4,9%
Fin de rampe FR*	Déformation résiduelle suivant [110]	-0,68%	-0,8%	-0,14%	-0,28%	-0,36%	-0,65%
	Relaxation suivant [110]	70%	72%	94%	89%	87%	76%
	Déformation résiduelle suivant [110]	-0,68%	-0,87%	-0,87%	-0,59%	-0,6%	-0,86%
	Relaxation suivant [110]	70%	69%	67%	78%	78%	69%
Plateau P**	Déformation résiduelle suivant [110]	-0,03%	-0,19%	+0,2%	-0,02%	+0,03%	-0,22%
	Relaxation suivant [110]	99%	92%	110%	99%	101%	91%
	Déformation résiduelle suivant [110]	-0,04%	-0,28%	-0,14%	-0,08%	-0,02%	-0,29%
	Relaxation suivant [110]	97%	87%	93%	96%	99%	88%

Tableau IV-2 : Résultats obtenus par cartographie de l'espace réciproque. L'échantillon n58 a une rampe sublinéaire

*FR : fin de Rampe ; **P : plateau.

Concernant les mesures des déformations résiduelles dans les plateaux, on peut remarquer que:

1. Un décrochement de composition, s'il est adapté, permet de diminuer fortement la déformation résiduelle. Par exemple on atteint 0,02% et 0,08% dans les directions $\langle 110 \rangle$ pour l'échantillon n60. De si faibles déformations résiduelles ne sont jamais mesurées dans une rampe simple (chapitre III), même si le gradient est très faible [Romanato1999]. Il leur correspond des taux de relaxation qui avoisinent les 100%. Dans les structures composant ne possédant pas de décrochement de composition, la relaxation n'est jamais aussi importante. Par exemple, avec des gradients de composition comparables, Lubyshev *et al.* ne dépassent pas 90% de relaxation dans les plateaux de composition constante (sans décrochement de composition) [Lubyshev2001].
2. Un décrochement mal adapté peut conduire à un plateau en tension (ex n59) dans la direction où la relaxation est la plus importante (i.e. [110]). Cette direction est celle qui est relaxée par les dislocations de type α . Il s'agit aussi de la direction la mieux relaxée en fin de rampe (chapitre III).
3. Si on compare n59 et n61, pour une même valeur de décrochement de composition (9,5%), on constate que l'un des échantillons -n59- est en tension dans une direction ($\epsilon_r = +0.2\%$ suivant [110]), l'autre -n61- est quasiment adapté ($\epsilon_r = +0.03\%$ suivant [110]). En réalité, ces deux échantillons possèdent des rampes de composition de pentes très différentes (0,75 μm de buffer linéaire pour n61 contre 1,04 pour n59 avec une même composition finale). On sait que les rampes longues relaxent mieux que les rampes courtes, en terme de densité de dislocations de désadaptation de réseau. La déformation résiduelle y est donc a priori plus faible. C'est ce que montre effectivement, dans ces deux cas, la déformation résiduelle mesurée en fin de rampe, pour la direction [110] (-1,14% pour n59, rampe longue et -0,36% pour n61, rampe courte. Sur cet exemple, on voit que parler de la valeur d'un décrochement nécessite donc de lui associer la valeur du gradient de composition avant décrochement.
4. De même, une rampe sous-linéaire relaxe moins bien qu'une rampe linéarisée. Les relaxations mesurées en fin de rampe de l'échantillon n58 sont en effet nettement plus faibles, malgré une épaisseur de 1,04 μm . Ceci est en accord avec ce que nous avons

vu au chapitre III. La réalisation d'un décrochement de composition et d'un plateau adapté n'influence pas ce résultat.

5. On note enfin une très forte influence du plateau en tension sur la relaxation mesurée en fin de rampe : la déformation résiduelle mesurée atteint $-0,14\%$ pour l'échantillon n59. Une déformation résiduelle aussi faible n'est jamais atteinte en fin de rampe. Cette observation montre que la réalisation du plateau peut modifier l'état de contrainte résiduelle de la fin de rampe. Ceci rend complexe la prévision d'un décrochement de composition à valeur bien ajustée pour compenser très exactement le résidu de déformation résiduelle de la rampe. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous quantifierons l'influence du décrochement de composition sur le taux de relaxation mesuré en fin de rampe.

Dans le tableau IV-3, nous avons calculé pour les échantillons n59, n60, n61, n62 le signe de la désadaptation de paramètre de maille entre le plateau et la fin de rampe en se basant sur le modèle de Tersoff [Tersoff1993]. Ce modèle permet en effet de prévoir la valeur du paramètre de maille dans le plan de fin de rampe. Au-dessus d'une certaine épaisseur, si la fin de rampe est réellement pseudomorphe, le paramètre de maille parallèle à l'interface reste constant. La valeur du paramètre de maille atteinte dans le plan de croissance dans la rampe à « l'épaisseur de Tersoff » fixe théoriquement la valeur de la composition dans le plateau. Il est donc possible de calculer la désadaptation de paramètre que l'on devrait mesurer dans le plateau en fonction du décrochement si ce modèle s'appliquait. Nous observons d'après le tableau que d'une part, les désadaptations engendrées sont très faibles (au maximum de $0,4\%$) et d'autre part, les plateaux sont tous en compression sauf celui de l'échantillon n59. Si le modèle de Tersoff décrit bien un comportement général de la relaxation dans les rampes, il montre ici ses limites lorsqu'il est nécessaire de quantifier précisément cette relaxation.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs :
applications aux structures transistors HEMTs .

Echantillon	W_T	$W_{mesurée}$	$\Delta a/a$ théorique	Etat de contrainte
59	250nm	225nm	-0,01%	quasiment non contraint
60	250nm	215nm	0,12%	compression
61	210nm	180nm	0,1%	compression
62	250nm	-	0,4%	compression

Tableau IV-3 : Taux de désadaptation attendus par le modèle de Tersoff en fonction du décrochement. W_T est l'épaisseur calculée de Tersoff, épaisseur libre de dislocations. $W_{mesurée}$ est l'épaisseur libre de dislocations mesurée par MET ou/et par cartographie de l'espace réciproque.

D'après le tableau IV-3, toutes les épaisseurs libres de dislocations mesurées sont inférieures aux valeurs théoriques données par le modèle de Tersoff. Concrètement, cela signifie que les paramètres de maille dans le plan de l'interface en fin de rampe sont supérieurs à ceux donnés par le modèle. Un échantillon possédant un décrochement théoriquement adapté pour atteindre l'état non contraint présentera un caractère de tension dans le plateau. C'est ce que l'on observe avec l'échantillon n59.

Les échantillons de cette série ont été étudiés par Microscopie Electronique en Transmission et par Microscopie à Force Atomique afin de connaître la qualité structurale du matériau $In_{0.3}Al_{0.7}As$ obtenue dans ces conditions de croissance.

En Microscopie Electronique en Transmission, il a été possible de vérifier le caractère de tension de la couche n59. De nombreuses fautes d'empilements intrinsèques y ont été observées (voir tableau IV-4). En densité de $1,5 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$, elles sont alignées suivant $[1\bar{1}0]$. En revanche, nous n'avons pas trouvé de dissociations de dislocations dans les plateaux en compression (échantillon n58 ou n62). Par conséquent, ces fautes d'empilement ne sont pas liées à la croissance à 500°C du matériau InAlAs, mais elles sont dues à l'état de contrainte du plateau. Ces observations ne sont donc pas en contradiction avec les résultats obtenus par Oustric [Oustric1996] qui conclut à l'absence de fautes d'empilement dans le matériau InAlAs adapté en paramètre de maille sur InP lorsque la température de croissance est de 500°C .

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

Echantillon	Densité de fautes (cm^{-2})	Densité d'émergentes (cm^{-2})
n58	-	8.10^7
n59	$1,5.10^8$	5.10^8
n61	5.10^6	3.10^7
n62	-	2.10^8

Tableau IV-4 : Densités de dislocations émergentes et de fautes d'empilement mesurées par MET.

Les fautes d'empilement proviennent de la dissociation dans le plateau d'une dislocation émergente. La figure IV-2 montre le segment vis émergent d'une demi-boucle de dislocation se dissociant après glissement dévié. Une description plus détaillée de cette configuration complexe peut être trouvée en Annexe 1.

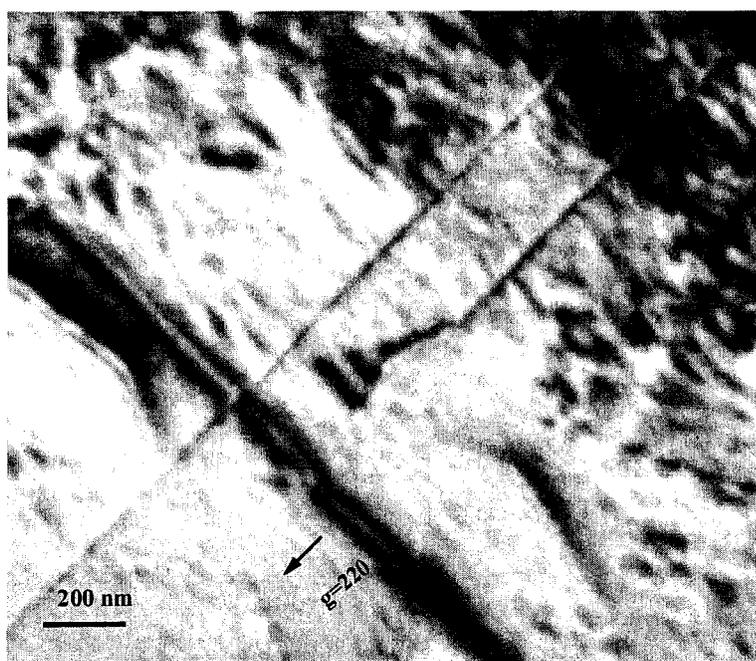


Fig. IV-2 : Image MET en champ clair (220) montrant la dissociation d'une dislocation de type vis (échantillon n59)

La dissociation est liée à la présence du décrochement de décomposition. Sur la figure IV-3 nous pouvons en effet observer que la dissociation d'une dislocation émergente s'initie au niveau de ce décrochement. Dans la fin de la rampe de composition, la contrainte résiduelle est négative (compression) alors que dans le plateau elle est positive (tension),

facilitant ainsi la dissociation de la dislocation émergente. Sur la figure IV-3, nous pouvons aussi noter la très forte rugosité de la fin de rampe au niveau du décrochement.



Fig. IV-3 : Image MET en champ noir (004) de l'échantillon n59, vue sur la tranche.

Le tableau IV-4 montre une densité de dislocations émergentes relativement importante ($\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$ et plus) malgré le décrochement de composition. Ces densités sont en rapport avec des taux de relaxation R mesurés dans ces couches qui restent assez éloignés de la valeur 100% visée. Ceci est en partie lié à la valeur sans doute mal ajustée du décrochement de composition. Mais on peut également penser que le saut de température de croissance (410°C - 490°C) a abaissé les barrières d'énergie pour la nucléation de nouvelles sources, qui ont sans doute été activées pendant la réalisation du plateau. Ainsi que nous le verrons au paragraphe IV-5, ces couches sont métastables. L'élévation de température après réalisation à basse température de la rampe peut de fait être assimilée à un recuit thermique de celle-ci.

II.3. Corrélation entre les morphologies de surface et l'état de contrainte dans le plateau.

II.3.a Résultats expérimentaux.

Les morphologies de surface des échantillons mesurés en tension sont assez particulières. Elles présentent en effet une rugosité élevée caractérisée par de nombreux défauts en forme de cuvettes qui s'allongent suivant la direction $[1\bar{1}0]$, bien visibles par MFA (Fig. IV-4a). Le relief habituel de « cross-hatch » décrit au chapitre III en fin de rampe n'est plus visible dans ces échantillons. Les défauts sont des défauts élastiques observés en MET dans les zones épaisses d'une lame mince. Ils révèlent a priori une contrainte de tension dans la couche [Jacob1997]. L'étendue de la relaxation élastique dans le plateau (visible en annexe1) permet d'expliquer le taux de relaxation très élevé mesuré dans la direction $[110]$ de l'échantillon n59 qui présente ces défauts en surface allongés suivant $[1\bar{1}0]$. Nous reviendrons sur ce point et montrerons que cette morphologie est fortement liée à la température de croissance.

Nous pouvons remarquer la très bonne corrélation entre les images prises en MET et les images MFA. En effet, les figures IV-4a et IV-4b montrent deux images d'un même échantillon : l'une obtenue par MFA, l'autre par MET. Les défauts observés sur les deux images sont orientés de la même façon avec une même répartition en taille.

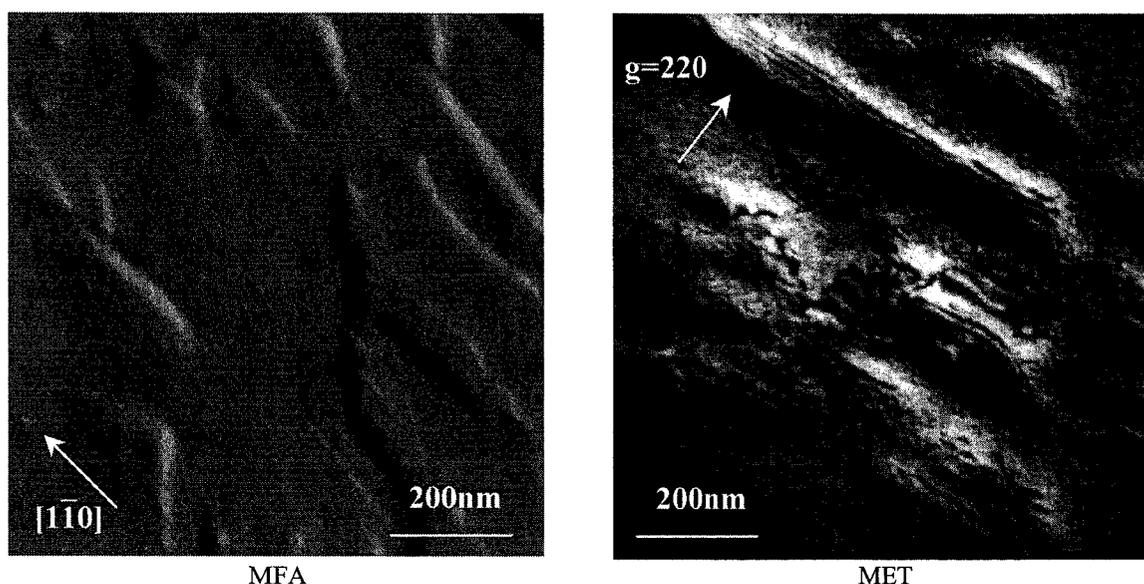


Fig. IV-4 : Corrélation entre une image MET (vue plane (001)) et la morphologie de surface observée en MFA (image $1\mu\text{m}^2$) dans un échantillon en tension (n59)

La relaxation de l'échantillon n61 est quasiment totale (101%) avec une très faible contrainte de tension ($\epsilon_r=+0,03\%$ suivant $[110]$). Sa surface est beaucoup moins rugueuse que celle des échantillons précédents avec cependant quelques défauts qui s'allongent suivant $[1\bar{1}0]$ (Fig. IV-5a). Nous montrerons plus loin que cette morphologie correspond à un cas limite de contrainte résiduelle quasiment nulle. Les investigations menées en MET, où l'on observe quelques contrastes élastiques ayant tendance à s'aligner suivant $[1\bar{1}0]$, mettent en évidence des défauts du même type que ceux observés en MFA. La figure IV-5b présente une image en vue plane (le fond moucheté est dû à un problème au niveau de l'amincissement ionique !).

La densité de dislocations émergentes mesurée par MET dans cet échantillon est beaucoup plus faible (3.10^7 cm^{-2}) que celles mesurées dans les échantillons en tension ou que celles mesurées dans les échantillons nettement en compression (n62 : 2.10^8 cm^{-2}). Enfin, on peut observer la déformation élastique liée au « cross-hatch » en MET. Ce contraste est aligné suivant $[1\bar{1}0]$.

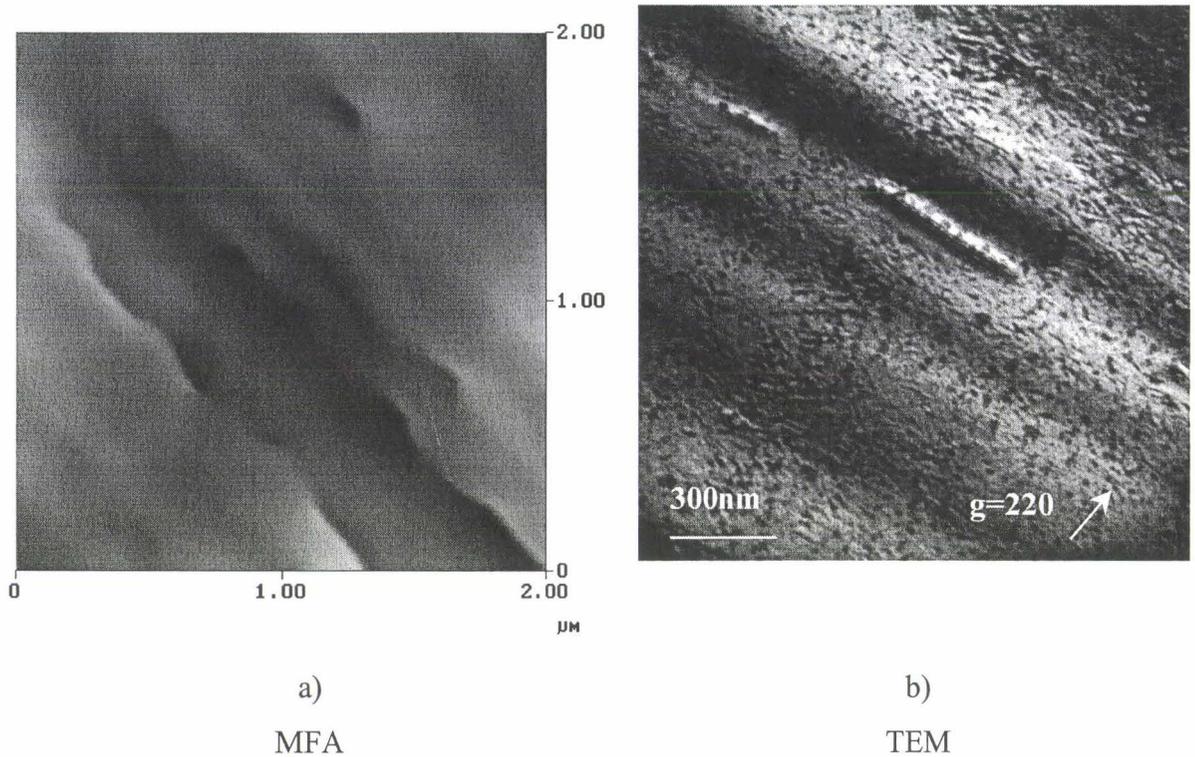


Fig. IV-5 : Images MFA et MET d'un échantillon « limite » au niveau de la relaxation (n61)

La figure IV-6 fait le bilan des morphologies observées en fonction de la relaxation mesurée. Il apparaît clairement que, à cette température de croissance, toutes les surfaces présentent des défauts. Il faut cependant noter que toutes les morphologies sont de même nature et que les différences apparentes entre deux échantillons ne correspondent en fait qu'à des degrés d'évolution différents des mêmes défauts. Au stade le plus évolué de ces défauts, on observe des cuvettes en forme de losange dont les facettes déterminées par MFA sont compatibles avec des facettes de type (114). Ainsi on notera en particulier que les surfaces les moins rugueuses sont celles des échantillons les mieux relaxés (voir échantillon n61) et que le signe de la contrainte est indifférent pour développer de façon importante ces défauts (voir n59 et n62).

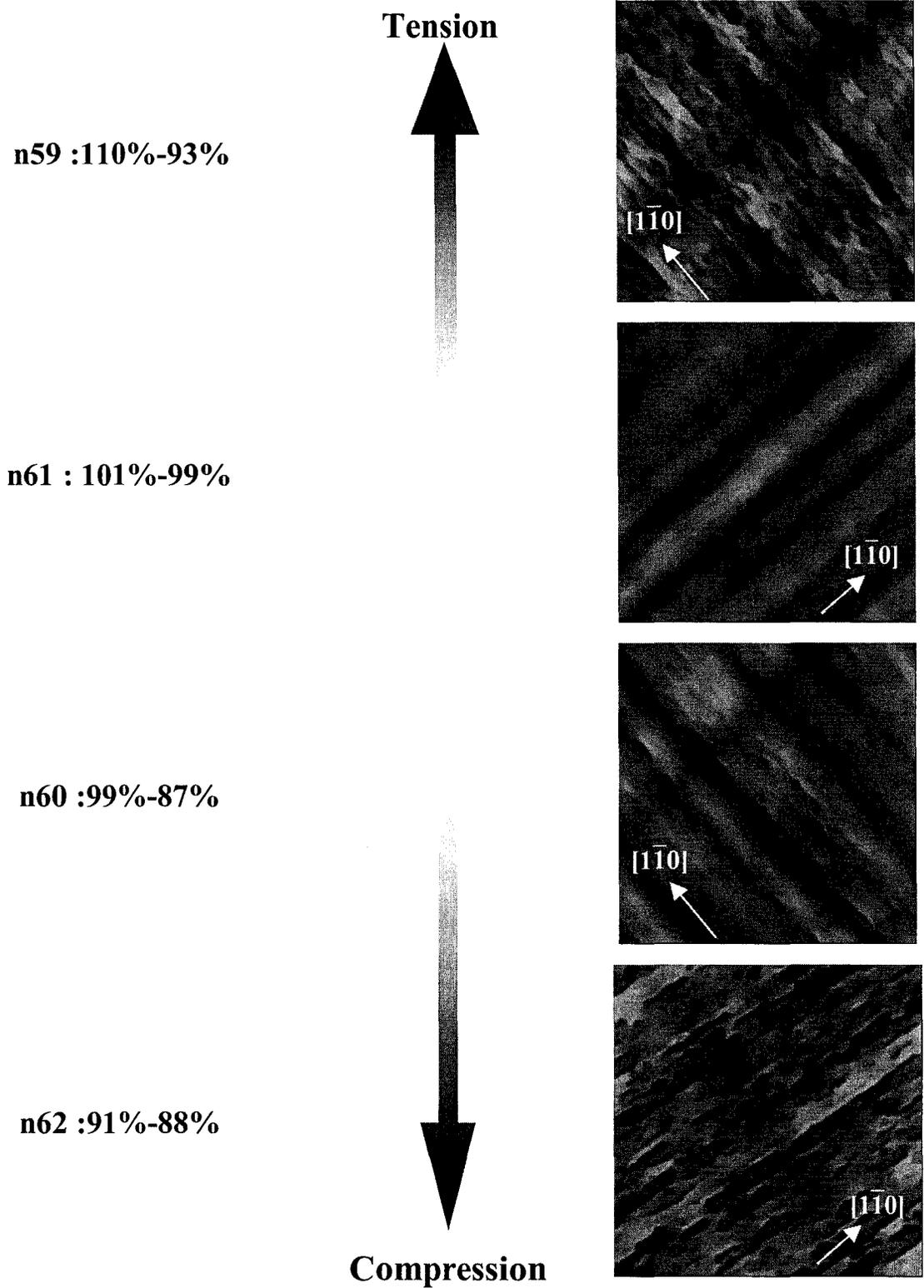


Fig. IV-6 : Evolution de la morphologie de surface en fonction de la relaxation mesurée.

II.3.b Origine des défauts dans les plateaux épitaxiés à 500°C.

Nous avons montré (figure IV-6) l'existence de défauts élastiques dans les échantillons en compression faiblement relaxés.

En étudiant des couches InGaAs épitaxiées sur InP, T. Venet [Venet1998] a montré que, dès les premiers stades de la croissance, il est plus facile d'atteindre une forte rugosité lorsqu'une couche est épitaxiée en tension que lorsqu'elle est épitaxiée en compression. Gendry *et al.* [Gendry1995] ont donné une condition sur la température de croissance pour que la rugosité apparaisse. En étudiant par RHEED des couches InGaAs en tension sur InP, ces auteurs ont mis en évidence une relaxation de la contrainte par rugosification de la surface lorsque la température atteint 525°C. Les résultats que nous avons présentés semblent en bon accord avec les travaux de ces auteurs. La température de croissance élevée (500°C) et une relaxation incomplète suffisent à faire apparaître ce type de défaut. Cet accord n'est cependant que partiel.

Tout d'abord, les taux de désadaptation que nous mesurons entre la fin de rampe et le plateau sont très faibles ($f < 0,4\%$), nettement inférieurs aux taux de désadaptation auxquels ces auteurs voient apparaître ces défauts ($f = 2\%$ en compression). Okada *et al.* ont montré par ailleurs que les couches en compression sont stables au moins jusqu'à une désadaptation de l'ordre de 0,5% alors qu'en tension les couches développent très tôt une forte rugosité avec notamment l'apparition de facettes {114} [Okada1997]. Par comparaison avec les épaisseurs critiques données pour l'apparition d'une rugosité en compression, nous ne devrions pas obtenir ce type de morphologie en compression dans nos couches. Lorsque l'on observe la morphologie de surface de l'échantillon n62, on retrouve une structure de défauts très marquée et à des taux de relaxation comparables à ceux de l'échantillon n59. Nous n'observons donc pas, pour la croissance d'une couche InAlAs sur une rampe de composition, d'influence du signe de la contrainte. L'existence postulée de seuils de contrainte pour l'apparition de ces défauts à haute température, qui seraient différents dans les échantillons en tension et en compression, tels que l'ont proposé Gendry *et al.* , ne semble pas vérifiée dans le cas des structures que nous avons étudiées.

Outre la différence de matériau épitaxié, une autre différence avec les résultats de Gendry *et al.* concerne le substrat utilisé. Dans leur étude, le matériau InGaAs est épitaxié sur un substrat InP, la composition en indium variant de 0 à 100% . Dans notre cas, le substrat est constitué de la fin de rampe pseudomorphe. Ainsi, la présence d'un substrat « flottant » que constitue le matériau de la rampe semble engendrer une forte morphologie de surface dès lors que l'on s'éloigne de l'adaptation en paramètre de maille sur la rampe. Le système composé de la partie élastique de la fin de rampe et du plateau peut provoquer une ondulation de la surface résultant de la compétition entre l'augmentation de l'énergie de surface et la diminution de l'énergie élastique [Grinfield1989]. Si de plus, comme on l'a vu dans le chapitre III, ce substrat « flottant » présente une forte rugosité, des contraintes locales vont alors être présentes à l'interface en accentuant par exemple la décomposition de l'alliage [Priester2000]. Ce phénomène peut aussi accroître encore l'effet de l'ondulation. La forte rugosité observée au niveau du décrochement (Figure IV-3) pourrait de fait être le résultat de l'équilibre énergétique du système. Un autre argument allant dans ce sens est fourni par l'échantillon n58. La figure IV-7 montre l'aspect de sa morphologie. En terme de relaxation mesurée, il est comparable à l'échantillon n62. En revanche, sa morphologie de surface se situe entre celles des échantillons n60 et n61. L'explication de cette différence pourrait être, là encore, liée au substrat « flottant ». Si la différence des morphologies de surface en fin de rampe entre une rampe linéaire et une rampe sublinéaire n'est pas très visible (cf. chapitre III), il y a pourtant une différence fondamentale en ce qui concerne la structure du réseau de dislocations dans la rampe. En effet, nous avons montré au chapitre III que pour les mêmes épaisseurs et les mêmes gradients, une rampe sublinéaire présentait une zone élastique deux fois plus courte qu'une rampe linéaire. L'influence du champ de contraintes du réseau de dislocations sur la morphologie de surface en sortie de rampe y est par conséquent beaucoup plus forte.

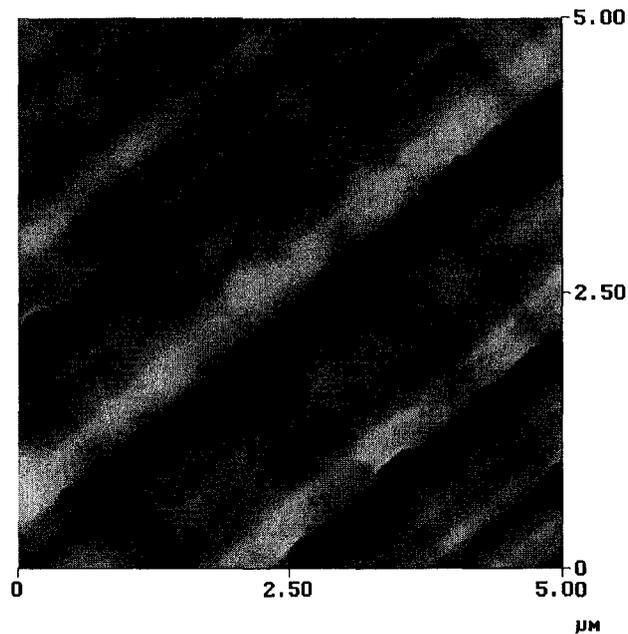


Fig. IV-7 : Morphologie de surface de l'échantillon n58

Enfin, il faut rappeler que l'apparition de ces défauts est liée à la température de croissance. Lorsque le plateau est épitaxié à 400°C, il n'apparaît plus de défauts élastiques en surface. L'échantillon n4 en est un exemple typique puisqu'il présente les mêmes caractéristiques que l'échantillon n61 en terme de déformation résiduelle (tableau IV-2). En revanche, sa morphologie de surface ne montre pas les défauts élastiques que l'on vient de décrire (figure IV-8). De plus, les défauts structuraux (dislocations émergentes ou fautes d'empilement) observés dans un plateau épitaxié à 400°C sont peu nombreux. Par exemple, la densité de dislocations émergentes mesurée dans l'échantillon n4 est inférieure au seuil de détection de la microscopie électronique en transmission ($<10^6 \text{ cm}^{-2}$).

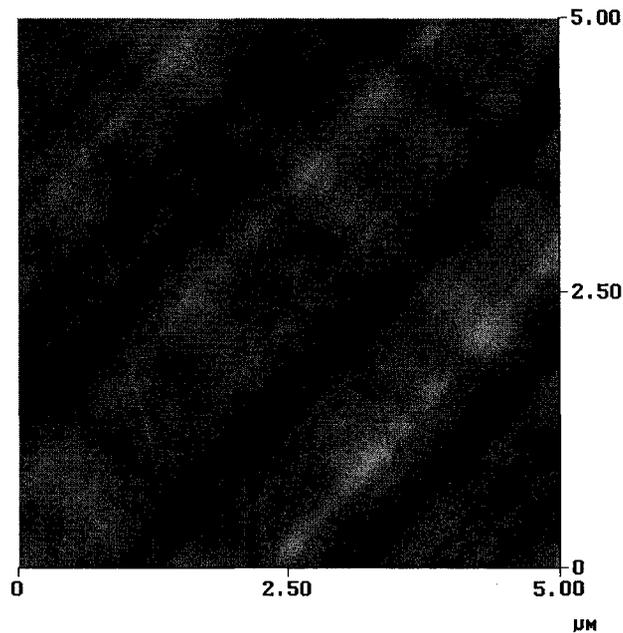


Fig. IV-8 : Morphologie de surface de l'échantillon n4.

II.4. Conclusion

Cette série d'échantillons nous a permis de montrer que l'on pouvait atteindre des taux de relaxation très élevés dans le plateau de composition constante, voire même obtenir le caractère réellement métamorphique. Pour cela il apparaît nécessaire d'effectuer des décrochements plus petits que ceux prévus théoriquement.

De plus, il apparaît que la température de croissance de 500°C imposée par la croissance du puits InGaAs n'est compatible avec la croissance du matériau InAlAs, sur une rampe de composition graduelle, que lorsque la valeur du décrochement de composition est parfaitement ciblée. En effet, nous avons montré qu'à cette température la moindre déformation résiduelle dans le plateau engendrait de nombreux défauts élastiques visibles en surface. Etant données les difficultés expérimentales rencontrées afin de contrôler parfaitement les conditions de croissance et notamment les compositions visées, cette température paraît devoir être exclue, tout au moins au début de la croissance du plateau.

C'est pourquoi, dans la suite de ce travail, la température de 400°C a été maintenue au moment du décrochement afin de stabiliser la structure avant la remontée en température

nécessaire à l'épitaxie de la zone active des structures. Les HEMTs métamorphiques ont été épitaxiés suivant ce mode opératoire. Dans ce qui suit, nous en présentons l'étude.

III. Application à la réalisation de structures HEMTs avec ou sans décrochement de composition : propriétés structurales comparées et performances.

Les performances électriques des structures HEMTs se mesurent généralement par le niveau de mobilité des électrons dans le canal (chapitre I). Deux éléments affectent en priorité cette mobilité. C'est d'une part la rugosité des interfaces, c'est d'autre part la qualité structurale du canal liée entre autres au niveau de contraintes résiduelles qui y sont présentes. L'introduction d'un décrochement de composition permet en principe, comme on vient de le voir, d'en atténuer fortement les effets, voire de les annuler. Pour tester l'impact du décrochement de composition sur ce paramètre, nous avons comparé deux situations physiques de structures HEMTs avec et sans décrochement de composition.

III.1. Echantillons étudiés.

La croissance des buffers linéaires des échantillons étudiés est semblable à celle décrite au chapitre II. Une variation de la température de la cellule d'indium est choisie de façon à obtenir une variation linéaire de la composition dans la rampe. La température de la cellule d'indium est ensuite stabilisée de façon à faire croître le plateau de composition constante. Dans le cas d'une structure sans décrochement de composition (Fig. IV-9a), elle est égale à la température atteinte en fin de rampe. Elle est abaissée dans le cas d'une structure avec un décrochement de composition (Fig. IV-9b). L'épaisseur du plateau de composition constante avant réalisation du canal InGaAs est de 300nm pour l'ensemble des échantillons (avec ou sans décrochement).

Les échantillons sont soit des structures sans décrochement (n77, n80, n81 : cf. fig. IV-9a), soit des structures avec un décrochement de composition (n76, n78, n79 : cf. fig. IV-9b). Les épaisseurs des rampes varient de 670nm à 1180nm, faisant ainsi varier le gradient. Les

plateaux sont tous visés à 33% de composition (composition nominale). Les décrochements ont fait l'objet d'une étude préliminaire (voir paragraphe précédent) et ont été choisis de manière à compenser l'évolution de la contrainte résiduelle en fin de rampe avec le gradient en évitant toutefois de mettre le plateau en tension.

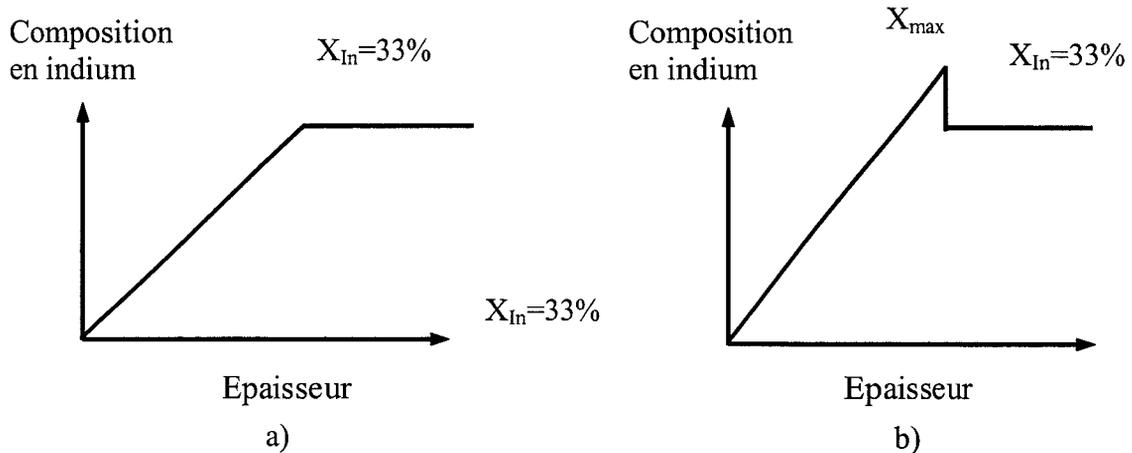


Fig IV-9 : Profils de composition d'une structure « standard » (a) et d'une structure avec un décrochement de composition (b)

Durant la croissance du buffer linéaire, la température du substrat est maintenue constante à 400°C. Dans le plateau de composition constante, la température du substrat est de 400 °C pendant les 100 premiers nanomètres de la croissance puis elle est portée linéairement à 500°C sur les 100 nanomètres suivants et est enfin stabilisée à cette température au cours des 100 derniers nanomètres (Fig. IV-10). L'objectif de cette rampe particulière de température est d'éviter l'arrêt de croissance à la fin du plateau pour réaliser la montée en température à l'optimum de 500°C pour la croissance du canal InGaAs, c'est-à-dire de ne pas hypothéquer le passage de l'interface couche de confinement-puits au niveau structural. La croissance de la rampe est effectuée en une à deux heures, celle du plateau en une vingtaine de minutes.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

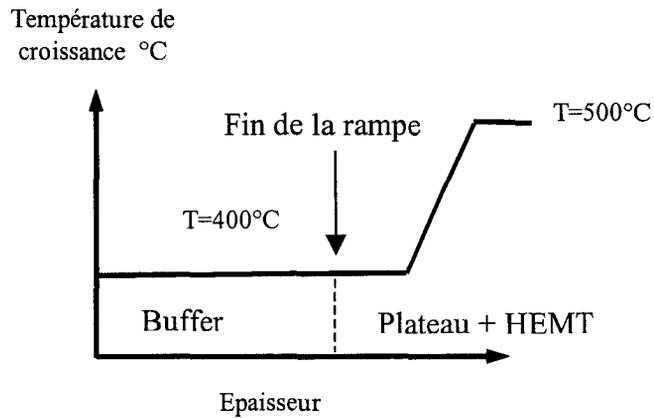


Fig. IV-10 : Evolution de la température du substrat lors de la croissance des échantillons.

Les structures étudiées se composent des éléments suivants (figure IV-11):

- une rampe de composition InAlAs (épaisseur de 670 à 1180nm) et de composition finale visée allant de 33% à 42%.
- un plateau de composition constante visée à 33% d'épaisseur 0,3 μ m (ici avec décrochement)
- un canal InGaAs d'épaisseur 15nm
- une barrière InAlAs d'épaisseur 25nm
- un couche contact InGaAs d'épaisseur 10nm.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

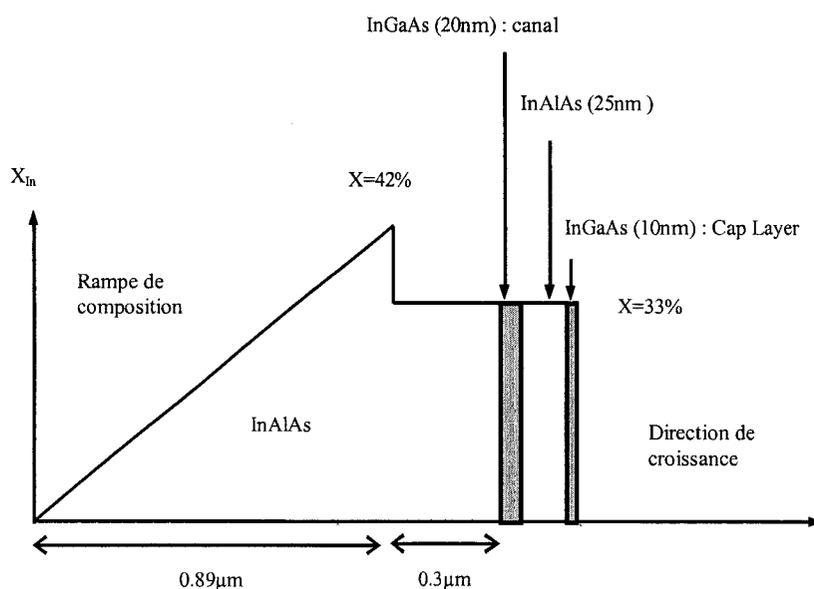


Fig. IV-11 : Schéma d'une structure.

Le tableau IV-5 regroupe l'ensemble des structures épitaxiées pour cette étude.

Echantillons	Type	Compositions nominales	Epaisseur de la rampe	Composition finale de la rampe -Composition du plateau	Gradient dans la rampe (%/µm)
n76	Décrochement	41%-33%	820 nm	40,7-33,2%	49,6
n77	Plateau simple	33%	890nm	33%	37,1
n78	Décrochement	43%-33%	670nm	42,1-32,9%	63,8
n79	Décrochement	39%-33%	1140nm	39,2-33,3%	34,4
n80	Plateau simple	33%	690nm	32,9%	47,7
n81	Plateau simple	33%	1180nm	32,8%	27,8

Tableau IV-5 : Echantillons HEMTs étudiés.

III.2. Résultats de cartographie de l'espace réciproque.

Les échantillons ont été caractérisés par Double Diffraction des rayons X. Cette étude, effectuée sur des plaques non clivées, permet une mesure systématique de l'offcut du substrat. Tous les échantillons possèdent un offcut similaire, de l'ordre de 0,1° autour de l'axe [100] dans la direction [010].

Nous étant ainsi affranchis de toute influence possible de l'offset du substrat sur un comportement particulier des couches, nous avons centré notre étude autour de deux points :

- le tilt mesuré dans les couches. L'intérêt est de comparer ces valeurs avec celles des rampes simples ayant les mêmes gradients.
- les mesures des relaxations et l'influence du décrochement de composition.

Les résultats rassemblés dans le tableau IV-6 ont été obtenus par cartographie de réseau réciproque et concernent la mesure quantitative du tilt dans les deux directions $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$.

Echantillons	Tilt mesuré dans la direction $[110]$	Tilt mesuré dans la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$
n76	592''	-170''
n77	-312''	0''
n78	810''	-334''
n79	-455''	0''
n80	341''	-93''
n81	-1180''	-59''

Tableau IV-6 : Mesure des tilts dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ pour l'ensemble des échantillons.

Nous retrouvons globalement ce que nous avons observé pour les rampes simples, à savoir que le tilt mesuré dans la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$ est faible comparé à celui mesuré dans la direction $[110]$ (voir chap. III).

Ceci est vrai pour tous les échantillons, avec ou sans décrochement de composition. Le plateau n'influence pas de façon notable le comportement du tilt mesuré dans cette direction.

Le tilt mesuré dans la direction $[110]$ montre des valeurs généralement plus grandes en valeur absolue, mais avec une dispersion importante tant au niveau de la norme que du signe. Si on représente les valeurs du tilt en fonction du gradient de composition (Fig. IV-12), on observe une dépendance très nette avec ce paramètre. Les barres d'erreurs proviennent soit de la dispersion des mesures effectuées en DDX sur 1 cm² d'échantillon, soit de l'erreur estimée sur la position du plateau TDX lorsque celle-ci est supérieure à la précédente.

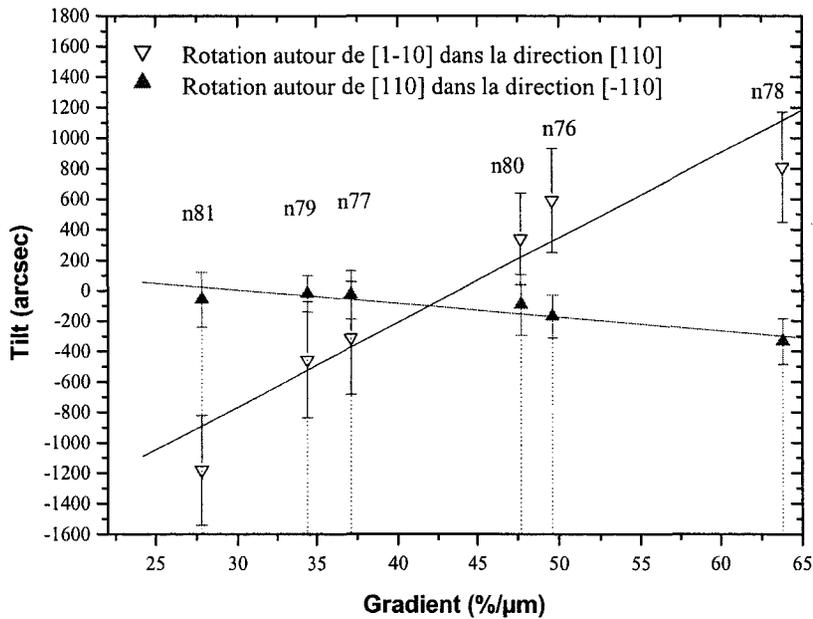


Fig. IV-12 : Evolution du tilt mesuré en fonction du gradient.

Sur la figure IV-12, lorsqu'un tilt est négatif, la rotation de la couche est en sens inverse de la rotation du substrat. Un tilt positif correspond à des rotations dans le même sens (cf. chapitre III).

On peut noter que les échantillons n80 et n76 possèdent des comportements identiques avec un gradient du même ordre de grandeur, de même pour les échantillons n79 et n77. On peut donc supposer que dans ces conditions de croissance, le comportement du tilt est déterminé par le gradient. Nous avons déjà évoqué ceci pour les échantillons n55 et n56.

A la dispersion des mesures près, ces courbes montrent une loi d'évolution quasi linéaire du tilt en fonction du gradient dans les deux directions $\langle 110 \rangle$. On retrouve ici les évolutions caractéristiques des rampes simples, avec des variations comparables pour ce qui concerne la rotation du plan des couches dans les deux directions.

Dans la direction $[110]$ autour de $[\bar{1}\bar{1}0]$, le tilt passe de $-1180''$ pour la couche avec un gradient de $27,8\%/µm$ (n81) à plus de $+800''$ pour la couche possédant un gradient de $63,8\%/µm$ (n78). Dans la direction $[\bar{1}10]$ autour de $[110]$, le tilt reste pratiquement constant,

voire légèrement négatif, aux erreurs de mesures près quels que soient le gradient et l'épaisseur. Si nous nous rappelons que le tilt dans cette direction est directement associé aux dislocations de type β qui permettent de relaxer la contrainte, nous pouvons conclure, comme dans le cas des rampes simples, que le sous-réseau de dislocations β est peu sensible aux variations de gradient et au dépôt de couches supplémentaires sur la rampe.

Il est remarquable que le dépôt de couches supplémentaires, mettant en jeu une montée en température, n'influence pas le tilt dans la rampe. Ceci prouve a posteriori que le tilt est parfaitement stabilisé dans les rampes. Cela ne veut pas dire pour autant que la génération de contraintes nouvelles, si le décrochement n'est pas parfaitement ajusté, ou lors de la montée en température, n'a pas induit de relaxation plastique supplémentaire dans la rampe par activation de nouvelles sources. Visiblement celles-ci se distribuent équitablement sur les 8 systèmes de glissement potentiellement actifs. Ceci conforte en quelque sorte les conclusions du chapitre III qui montre qu'au-delà d'un certain niveau de contraintes, le tilt devient constant, en forme de plateau, c'est-à-dire n'évolue plus avec la désadaptation de paramètres.

Remarque : le signe du tilt dépend également beaucoup de l'endroit où est effectuée la mesure sur la plaque (Voir l'exemple donné en Annexe 3). La moindre perturbation locale - surface, dislocations préexistantes dans le substrat, hétérogénéité- peut en effet engendrer une rotation dans une direction ou dans l'autre.

Considérons à présent l'influence du décrochement de composition sur la relaxation dans le plateau. Les compositions visées et mesurées sont données dans le tableau IV-5. On peut constater le bon accord entre les valeurs visées et les valeurs données par la cartographie X. Ceci est une démonstration a posteriori de la maîtrise des paramètres de croissance lors de l'épitaxie.

La figure IV-13 représente les intensités diffractées autour des nœuds (004) des substrats GaAs des échantillons n81 (structure « standard » -Fig. IV-10a-) et n79 (structure avec un décrochement de composition -Fig. IV-10b-). La présence du décrochement est bien visible sur la figure IV-13b. Le tilt mesuré sur la figure IV-13b est faible alors qu'il est relativement important sur la figure IV-13a.

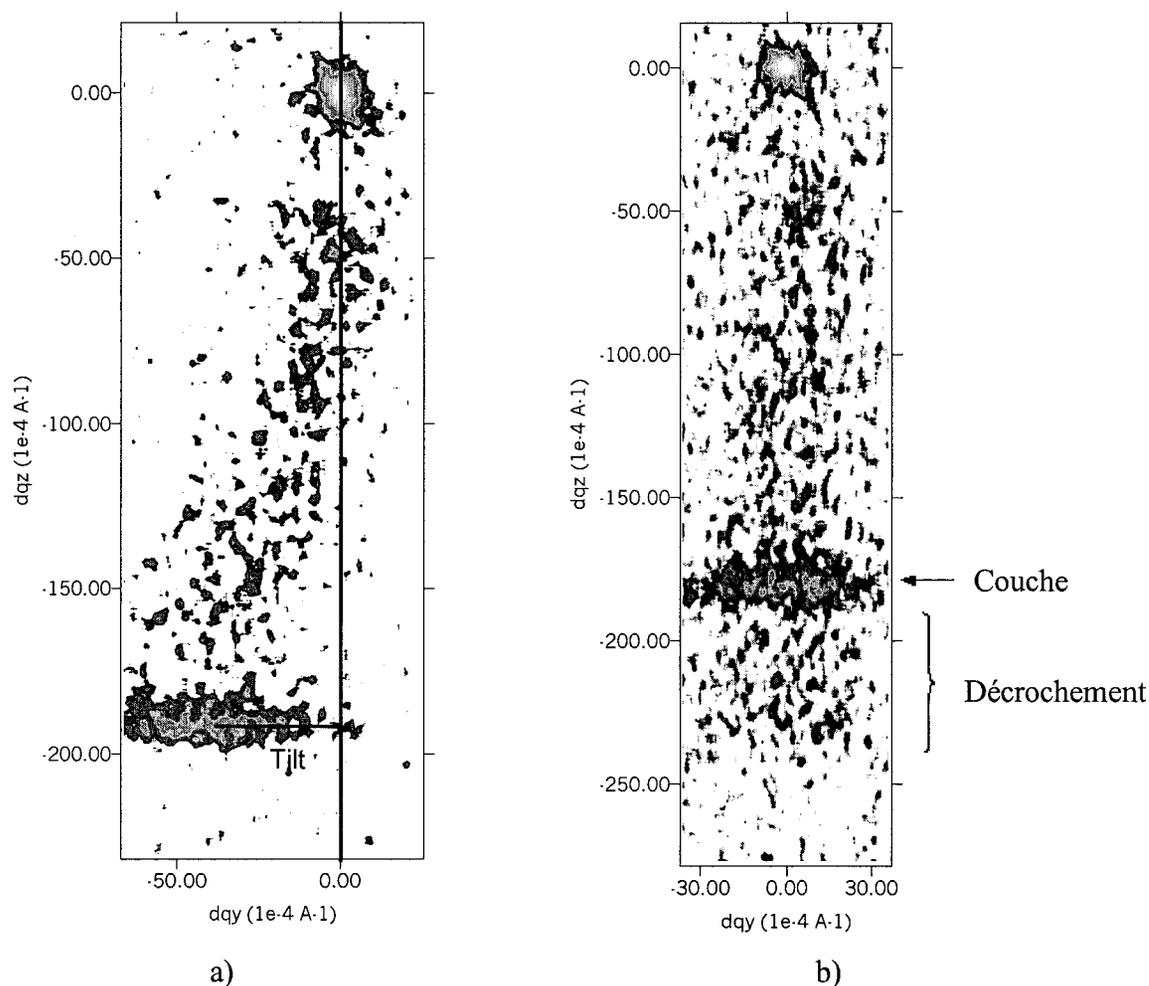


Fig. IV-13 : Cartographie de l'espace réciproque autour du nœud (004) du substrat :

a) structure sans décrochement de composition (n81), suivant la direction $[110]$.

b) structure avec un décrochement de composition (n79), suivant la direction $[1\bar{1}0]$.

Les résultats donnant les mesures des déformations résiduelles en fin de rampe et dans le plateau dans les deux directions $[110]$ et $[1\bar{1}0]$ sont regroupés dans le tableau IV-7.

Il n'est pas possible de déterminer la valeur de la déformation résiduelle en fin de rampe dans les échantillons possédant une structure sans décrochement car la valeur mesurée est aussi celle du plateau.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs :
applications aux structures transistors HEMTs .

Echantillons		Fin de rampe				Plateau			
		suivant [110]		suivant [$\bar{1}\bar{1}0$]		suivant [110]		suivant [$\bar{1}\bar{1}0$]	
		$\epsilon_{//}$	R	$\epsilon_{//}$	R	$\epsilon_{//}$	R	$\epsilon_{//}$	R
	N80	-0.34%	85,9%	-0.41%	82,6%	-0.34%	85,9%	-0.41%	82,6%
	N77	-0.25%	89,5%	-0.47%	80,5%	-0.25%	89,5%	-0.47%	80,5%
	N81	-0.32%	86,4%	-0.33%	86%	-0.32%	86,4%	-0.33%	86%
	N78	-0.68%	77,3%	-0.76%	74,5%	-0.01%	99,5%	-0.25%	89,5%
	N76	-0.46%	84%	-0.61%	79%	-0.08%	97%	-0.2%	91,5%
	N79	-0.4%	85,5%	-0.41%	85,7%	-0.03%	99%	-0.08%	96,5%

Tableau IV-7 : Résultats obtenus par cartographie de l'espace réciproque.

L'ensemble des résultats obtenus est reporté sur la figure IV-14. Pour une raison de lisibilité et puisque toutes les valeurs possèdent le même signe (tous les échantillons sont en compression dans les deux directions), nous représentons la valeur absolue de la déformation résiduelle mesurée.

Tout d'abord, il convient de souligner que le décrochement de composition conduit à des valeurs de déformation résiduelle faibles dans le plateau. En effet, dans les structures sans décrochement, les valeurs de déformation sont comprises entre 0,25% (n77 [110]) et 0,47% (n77 [$\bar{1}\bar{1}0$]), alors qu'en présence d'un décrochement elles sont toutes inférieures à 0,25% pour atteindre même 0,01% dans le cas de l'échantillon n78. Une telle déformation résiduelle conduit à des taux de relaxation toujours supérieurs à 90%, et même jusqu'à 99,5% (n78 [110]). Nous rappelons ici que le taux de relaxation et la déformation résiduelle sont deux écritures d'une même information (cf. Chap. II pour les définitions).

Nous pouvons remarquer que la relaxation moyenne tend à augmenter lorsque l'épaisseur du buffer linéaire augmente. En d'autres termes, lorsque le gradient diminue, la relaxation s'accroît. Ceci est bien visible pour les échantillons avec décrochement que ce soit au niveau de la déformation résiduelle mesurée en fin de rampe ou de celle mesurée dans le plateau. Ceci est bien conforme aux conclusions du chapitre III.

Enfin, ces résultats confirment que l'anisotropie de relaxation est plus grande dans les échantillons à gradient élevé avec un maximum pour les échantillons ayant un buffer d'épaisseur 0,82 ou 0,89 μm (n76 et n77). Une telle anisotropie traduit une différence

d'activité des systèmes de glissement α ou β , liée probablement à l'activation plus ou moins aisée de sources et d'interactions de blocage [Freund1990] (chapitre III). Des mécanismes de blocage entre systèmes de glissement sécants peuvent aussi interpréter cette anisotropie. Un exemple d'interaction est donné en Annexe 1.

Lorsque le décrochement n'est pas parfaitement adapté, le plateau déposé contraint la fin de la rampe. Ceci est bien visible dans le cas des structures sans décrochement puisque la fin de rampe correspond au plateau de composition constante. Afin de quantifier l'influence de la croissance du plateau sur le taux de relaxation en fin de rampe, nous avons calculé la déformation résiduelle ϵ_{r0} à la fin de la rampe que l'on aurait mesurée si aucun plateau n'avait été déposé.

Le calcul est fondé sur l'approche simple du modèle de Dunstan décrite au chapitre III [Dunstan1996]. On considère que pour une structure d'épaisseur totale h ayant un profil de déformation $\epsilon(z)$, on peut écrire :

$$\int_{z=0}^h \epsilon(z) dz = K \quad \text{Equation IV-1}$$

où K est une constante [Dunstan1991].

Si le profil de déformation est linéaire, de gradient ϵ' constant, l'équation IV-1 devient :

$$\frac{\epsilon_{r0}^2}{2 \cdot \epsilon'} = \frac{\epsilon_{r1}^2}{2 \cdot \epsilon'} + \epsilon_{r2} \cdot h_{\text{plateau}} \quad \text{Equation IV-2}$$

où ϵ_{r1} est la valeur de la déformation résiduelle mesurée en fin de rampe, c'est-à-dire après croissance du plateau d'épaisseur h_{plateau} et ϵ_{r2} la valeur de la contrainte résiduelle mesurée dans le plateau. ϵ_{r0} est la déformation résiduelle qui serait mesurée en fin de rampe en l'absence du plateau.

Sur la figure IV-14, nous avons représenté les valeurs de ϵ_{r0} , ϵ_{r2} et ϵ_{r1} mesurées ou calculées à partir de l'équation IV-2 pour les six échantillons. Nous avons séparé les

échantillons avec et sans décrochement afin de mettre en évidence une éventuelle influence du décrochement de composition sur la mesure de la relaxation en fin de rampe. Cette figure permet également de tester la validité du modèle de Dunstan dans une rampe suivie d'un plateau de composition constante. En effet, si le modèle de Dunstan s'applique à ce type de structure multicouches (rampe+plateau), on s'attend à trouver des valeurs de déformation résiduelle en fin de rampe avant croissance du plateau (ϵ_{r0}) semblables à celles mesurées dans le cas des rampes simples (chapitre III).

Il apparaît clairement qu'un décrochement de composition modifie fortement le taux de relaxation mesuré en fin de rampe (ϵ_{r1}). Dans les structures possédant un décrochement de composition, la mauvaise adaptation du décrochement à la contrainte résiduelle en fin de rampe conduit de toute évidence à une diminution de la contrainte résiduelle ou, de façon équivalente, à une augmentation de la relaxation mesurée en fin de rampe (exemple : n78, figure IV-14b).

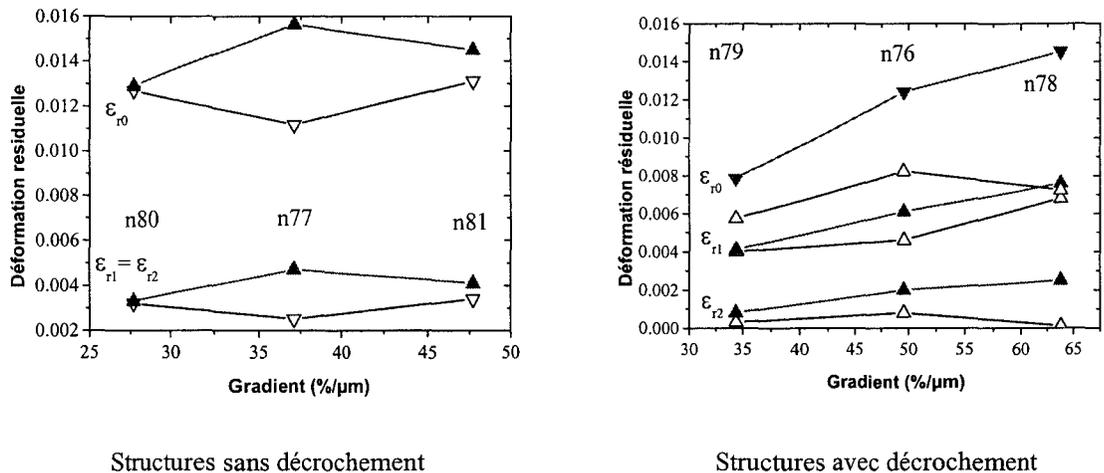


Fig. IV-14 : Evolution de la contrainte résiduelle en fonction de l'épaisseur. Les symboles ouverts correspondent à la contrainte résiduelle mesurée dans la direction [110]. Les symboles pleins correspondent à la direction [1-10].

Toutefois, il faut noter que les décrochements sont suffisants pour que le mode de relaxation selon les deux directions [110] et [1-10] observé en fin de rampe (fig.IV-14b) reste similaire à celui des rampes simples (chapitre III).

A l'inverse, le comportement des rampes « standard » avec plateau sans décrochement est plus singulier. Ces structures présentent des valeurs calculées de déformation résiduelle en fin de rampe (ϵ_{r0}) très nettement supérieures à celles mesurées dans les rampes simples ($>1,2\%$). Ceci laisse supposer un changement dans le mode de relaxation durant la croissance du plateau très contraint (fig.IV-14a). Le modèle de Dunstan ne tient pas compte des dynamiques respectives des dislocations α et β . La moindre anisotropie de relaxation mesurée en fin de rampe et dans le plateau se trouvera alors automatiquement accentuée dans le calcul de ϵ_{r0} (ex. n77). Ainsi, dès que la déformation résiduelle est élevée dans le plateau (structures sans décrochement), le modèle ne décrit plus totalement le comportement de ces structures. Cependant, on peut également noter que cet effet se fait sentir uniquement sur la contrainte résiduelle, et non sur le tilt. A cela plusieurs raisons peuvent être invoquées :

- le tilt résulte d'un phénomène cumulatif dans la rampe. Ce qui se passe une fois la rampe épitaxiée a peu d'influence sur celui-ci.
- la croissance d'un plateau contraint peut engendrer une relaxation supplémentaire qui influence peu le tilt, comme ce qui a déjà été observé pour les démarrages de rampes à 10% et 18%.

III.3. Morphologies de surface

Les morphologies de surface ont été systématiquement observées par MFA. Ces échantillons présentent des morphologies de surface typiques, avec une périodicité de la rugosité dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ (cross-hatch). La figure IV-15 en montre les morphologies. On ne remarque pas les fronts de croissance et autres accidents visibles en fin de rampe (chapitre III), que les échantillons présentent ou non un décrochement. La croissance du plateau, voire la remontée en température du substrat durant la croissance et le dépôt de couches InGaAs, ont sans doute permis de lisser les défauts présents à la surface.

La rugosité demeure plus importante selon la direction $[110]$ que suivant la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$: il existe bien une direction préférentielle suivant laquelle les lignes de cross-hatch sont plus marquées.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

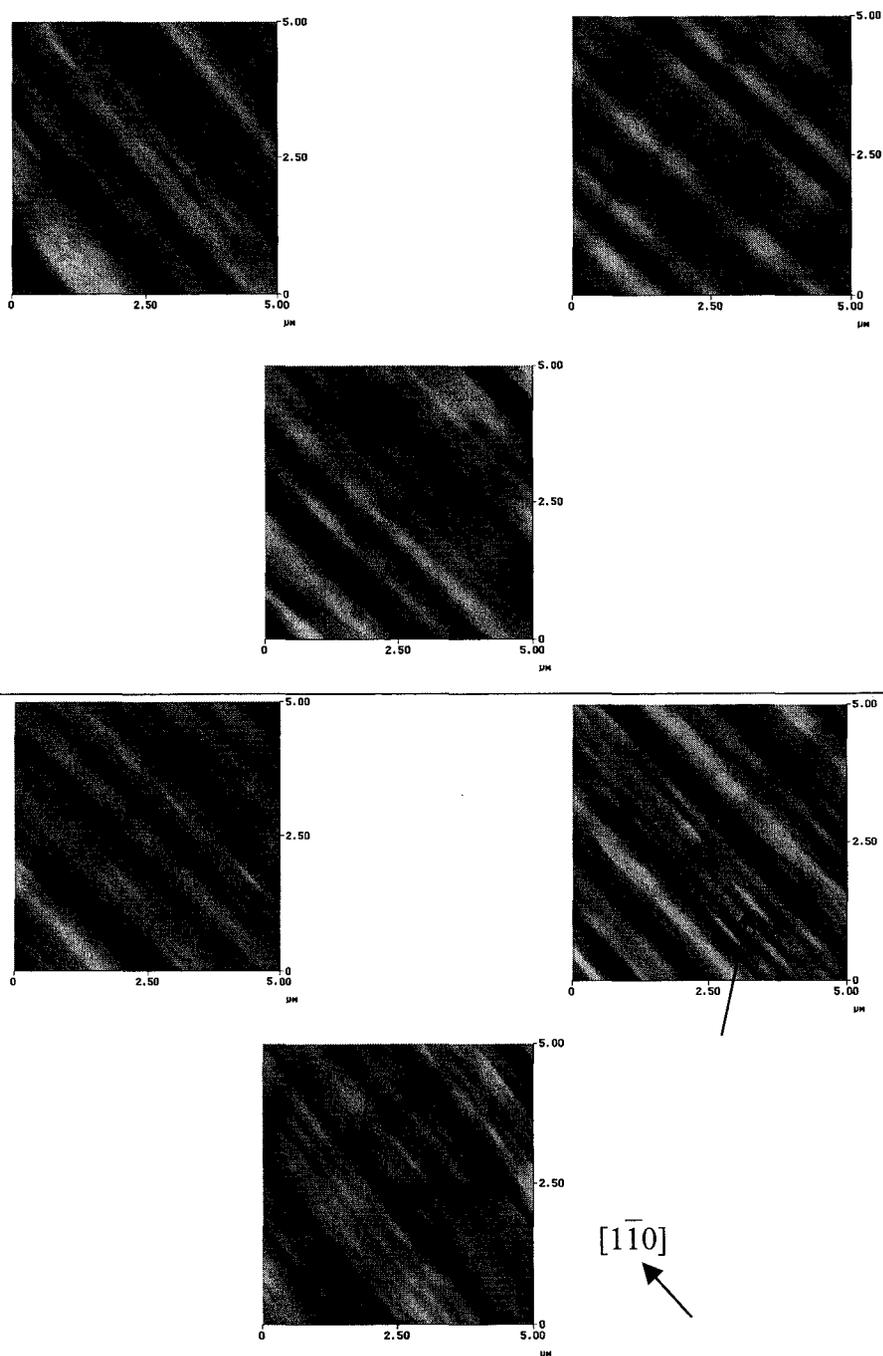


Fig. IV-15 : Influence du décrochement sur la morphologie de surface :

- a) Structure avec un décrochement de composition (n76, n78 et n79)
- b) Structure sans décrochement de composition (n77, n80 et n81). La flèche souligne la présence d'une particularité de la morphologie de surface allongée suivant $[1\bar{1}0]$.

On peut aussi noter que les surfaces des échantillons sans décrochement de composition présentent des éléments de morphologies particuliers alignés suivant $[1\bar{1}0]$

(« fuseaux » allongés suivant $[1\bar{1}0]$). Ces structures indiquées par la flèche sur la figure IV-15 ne sont pas visibles dans les échantillons possédant un décrochement de composition. L'apparition en surface de ces morphologies particulières pourrait être liée à la déformation élastique résiduelle plus importante des échantillons sans décrochement de composition pendant la croissance du plateau.

La figure IV-16 rassemble les mesures de rugosité dans les deux directions $[110]$ et $[1\bar{1}0]$ pour les 6 échantillons étudiés. La rugosité mesurée suivant $[1\bar{1}0]$ varie très peu (1,2nm-1,6nm) comparativement à celle mesurée dans l'autre direction (3,2nm-4,5nm).

Cette figure permet de donner une idée du degré de corrélation entre morphologie de surface et relaxation plastique. En effet, il apparaît que la morphologie de surface est très anisotrope quel que soit le degré de relaxation dans ces conditions de croissance. Par exemple, pour l'échantillon n81 (buffer de 1,18 μ m sans décrochement), la relaxation est pratiquement isotrope ($R_{[110]}=86,4\%$ $R_{[1\bar{1}0]}=86\%$), même si la morphologie de surface présente une forte anisotropie (1,5nm-3,5nm). En revanche lorsque l'anisotropie de relaxation augmente, l'anisotropie de la morphologie s'accroît (exemple de l'échantillon n77 à structure « standard » où la rugosité mesurée est plus anisotrope –1,3nm et 4,5nm– et l'anisotropie de relaxation plus importante –89,5% et 80,5%-).

Par ailleurs, l'anisotropie de la morphologie n'est pas liée au décrochement puisque les structures avec ou sans décrochement engendrent la même évolution de l'anisotropie de surface et que les ordres de grandeur sont strictement identiques. Seule la présence en nombre plus important de fuseaux à la surface des échantillons non décrochés est à noter.

Enfin, il faut souligner que l'anisotropie de surface est maximale lors du changement de signe du tilt, dans les structures avec un décrochement comme dans celles sans décrochement. Ceci suggère que le phénomène physique à l'origine du changement de signe du tilt est peut-être le même que celui qui contrôle la rugosité.

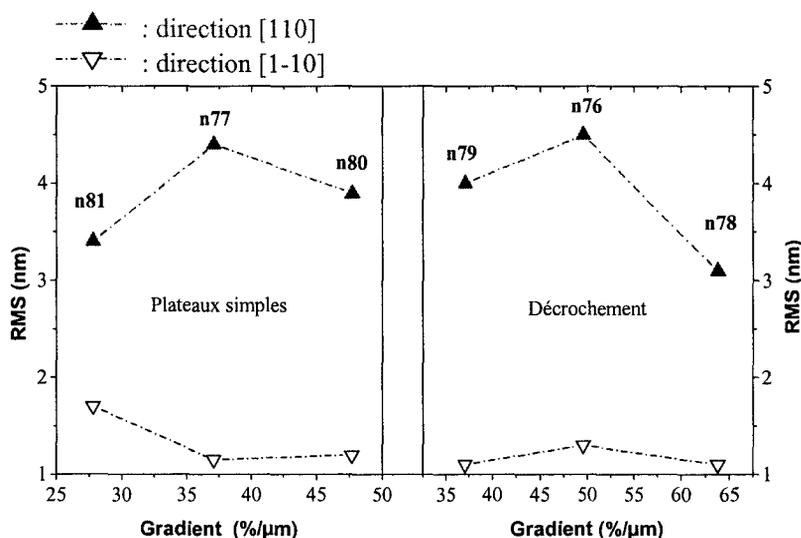


Fig IV-16 : Rugosités de surface mesurées suivant les deux directions $\langle 110 \rangle$.

III.4. Résultats de mesures HALL

La figure IV-17 représente les valeurs des mobilités de Hall. Les caractérisations électriques ont été effectuées à l'IEMN à 300K et à 77K. La concentration des porteurs mesurée à température ambiante est de l'ordre de $3,6 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ avec une mobilité de $8000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$. Tout en étant inférieure à la valeur théorique ($8800 \text{ cm}^2/\text{Vs}$), cette valeur mesurée est élevée, nettement plus élevée que les mobilités obtenues sur un HEMT pseudomorphique ($6600 \text{ cm}^2/\text{Vs}$) [Hoke1999]. Plus récemment, ces auteurs ont présenté des résultats obtenus sur des structures métamorphiques avec des compositions en indium dans le canal InGaAs de l'ordre 35%, comparables avec nos échantillons. Les mobilités annoncées s'avèrent inférieures à celles obtenues dans notre travail ($7400\text{-}7800 \text{ cm}^2/\text{Vs}$) [Hoke2000]. L'une des interprétations possibles de la différence peut être l'absence de décrochement dans leurs échantillons conduisant alors à de fortes déformations résiduelles dans le plateau, limitant la mobilité des porteurs.

La mobilité des porteurs dans le puits est minimale pour les échantillons ayant une épaisseur de 890nm pour la structure normale sans décrochement passant ainsi de 23000 (épaisseur de 690nm) à $21800 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ (figure IV-17). Pour les structures avec un décrochement de composition, le comportement est le même puisque la mobilité passe de

23100 à 21200 cm^2/Vs à 77K lorsque l'épaisseur passe de 670nm à 820nm. La diminution de la mobilité est corrélée à l'augmentation de la rugosité de surface pour ces mêmes épaisseurs. Ceci laisse supposer que la rugosité de l'interface InAlAs/InGaAs évolue de la même façon que celle mesurée en surface.

Les porteurs correspondent à des électrons transférés des barrières de confinement InAlAs dopé dans le puits InGaAs. Leur mobilité est limitée par la qualité des interfaces InAlAs/InGaAs. Ces valeurs élevées de la mobilité indiquent que le transport électronique se fait bien dans le canal InGaAs et que la mobilité du gaz bidimensionnel peut être utilisée en retour afin de connaître la qualité de l'interface InAlAs/InGaAs dans la structure métamorphique.

Enfin, la mobilité mesurée dans les structures avec un décrochement est supérieure à celle mesurée dans les structures normales sans décrochement. L'accroissement de $200\text{cm}^2/\text{VS}$ peut être attribué à l'augmentation de la relaxation dans les structures avec décrochement puisque la morphologie de surface est comparable à celle des structures sans décrochement. En revanche ce faible gain au niveau de la mobilité montre le rôle prédominant de la rugosité sur le transport.

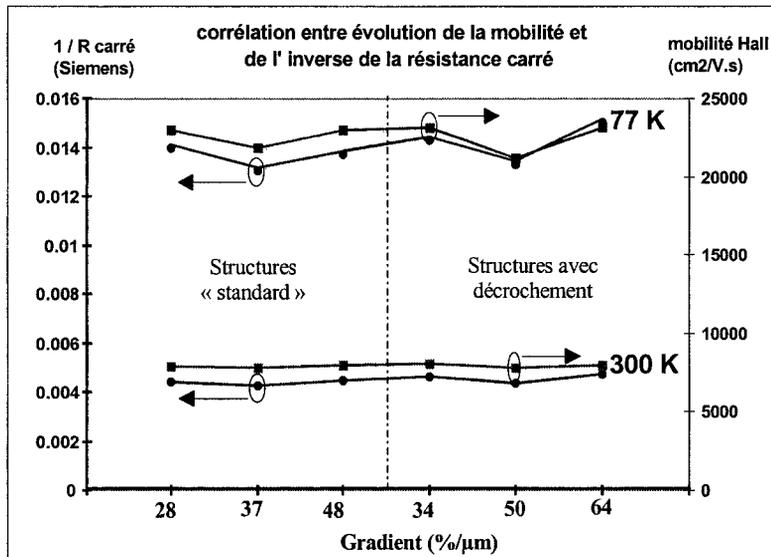


Fig. IV-17 : Mobilités mesurées par effet Hall en fonction du gradient de composition.
(Mesures IEMN)

III.5. Conclusion

Dans cette partie de l'étude, nous avons montré qu'un décrochement de composition permettait l'obtention de HEMTs métamorphiques et que les comportements des couches tampons des HEMTs avec un décrochement étaient similaires aux comportements observés dans les rampes simples. Ceci justifie a posteriori l'optimisation recherchée au chapitre III. Nous avons vu en outre que la morphologie de surface est beaucoup moins sensible à l'état de contrainte dans le plateau que dans le cas des plateaux épitaxiés immédiatement à haute température (500°C). La montée en température dans le plateau joue donc un rôle fondamental dans la qualité de la morphologie de surface. Enfin, cette morphologie de surface semble affecter la mobilité des électrons dans le canal. Les modulations de composition et donc de contrainte ont un effet notable sur la morphologie de surface. L'obtention de surfaces plus lisses passe donc à la fois par la croissance de couches plateaux faiblement contraintes, mais également par l'obtention de fins de rampes avec des modulations de contraintes plus faibles. Si la condition sur la relaxation est parfaitement remplie par l'utilisation systématique d'un décrochement de composition, il s'avère nécessaire de rechercher de nouvelles conditions de croissance ou d'utiliser des alliages quaternaires tels GaAlInAs moins propices à la décomposition si le couple composition-conditions de croissance est bien ciblé.

IV. Mesure de composition dans le canal $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}$ du HEMT

Dans les paragraphes précédents, nous avons étudié un ensemble d'échantillons HEMTs dont les compositions dans les plateaux étaient de l'ordre de 33%. Il s'agit là de mesures par cartographie de réseau réciproque et elles ne concernent que des plateaux de composition constante suffisamment épais pour pouvoir être « vus » en diffraction X. L'indication sur la composition du plateau InAlAs n'est pas pour autant un moyen de connaître la composition du canal InGaAs même si celui-ci est de composition voisine à celle de InAlAs. Pour obtenir une mesure plus précise de la composition en Indium du canal InGaAs, nous avons donc employé la microscopie électronique en transmission en utilisant un nœud de diffraction

sensible à la composition (nœud (002)). Cette technique a été proposée initialement par Bithell et Stobbs dans le cadre de l'hétérojonction AlGaAs/GaAs [Bithell1989].

IV.1. Description de la structure test.

La structure étudiée (n71) se compose des éléments suivants:

- une rampe de composition InAlAs de 890nm et de composition finale visée 42%.
- un plateau de composition constante visée à 33% d'épaisseur
- un canal InGaAs de 15nm
- une barrière InAlAs de 25nm
- une couche contact ou « cap layer » InGaAs de 10nm.

Une description complète de la structure peut être trouvée en référence [Zaknoute2000].

Nous avons comparé les résultats obtenus par cartographie de l'espace réciproque à ceux donnés par la microscopie électronique en transmission.

IV.2. Mesures effectuées par Microscopie électronique en transmission.

La figure IV-18 montre le confinement des dislocations dans la partie inférieure de la rampe, sur une épaisseur de 600nm. La partie supérieure (230nm) se trouve dépourvue de dislocations (zone de « Tersoff »).

Les clichés montrent clairement que des modulations de composition sont observées en fin de rampe où la température de croissance est de 405°C. Elles disparaissent au voisinage de la surface où la température de croissance est de 500°C. Ces modulations de composition ont déjà été décrites au chapitre III.

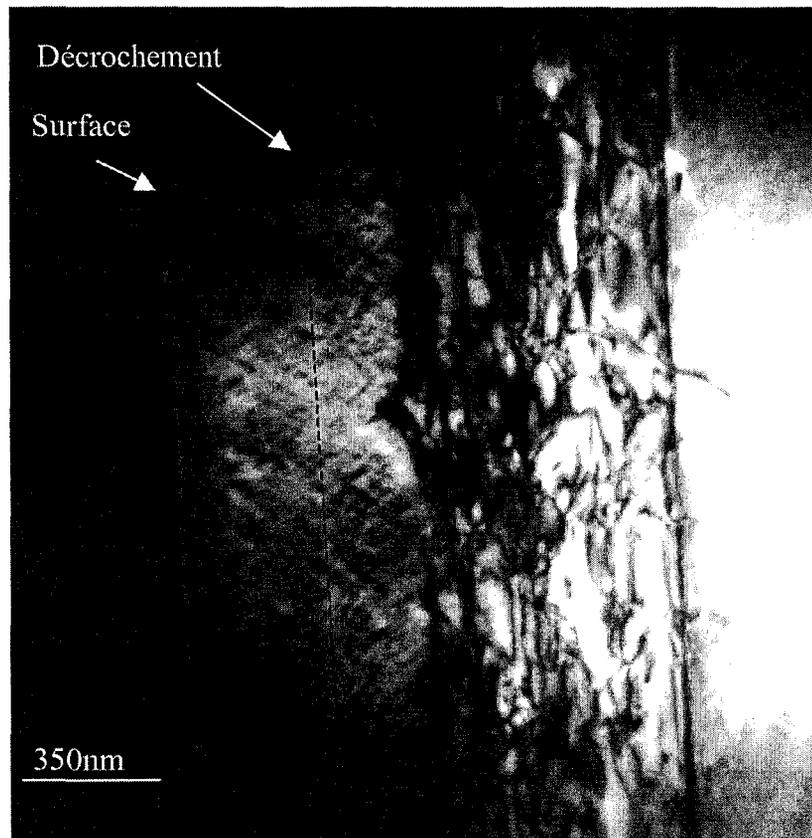


Fig.IV-18 : Vue en cross-section de la structure complète. Echantillon n71. Image en champ noir (220). La ligne en pointillés donne la position du décrochement.

En champ noir (002) -Fig IV-19-, la couche d'InGaAs est mise en contraste : elle apparaît sombre sur fond clair, comme on peut s'y attendre d'après la figure IV-20. Cette figure présente en effet les intensités diffractées en réflexion (002) par les alliages $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$ et $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ pour x variant de 0 à 1. Les allures des deux courbes diffèrent à cause de la variation de facteurs de diffusion atomique entre l'aluminium et le gallium (voir annexe III). Ainsi, si par simulation l'intensité diffractée en (002) par $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$ est supérieure à celle diffractée par $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, la couche $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ apparaîtra sombre par rapport à la couche $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$. On a exactement ce cas de figure lorsque la composition est inférieure à 40% (la composition visée est de 33%).

Lorsque la réflexion (002) est placée en position exacte de Bragg, l'approche cinématique n'est valable que si l'épaisseur de la lame est faible, inférieure à $\xi_g/3$ ($<176\text{nm}$),

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

où ξ_g est la distance d'extinction de $\text{In}_{0,33}\text{Al}_{0,67}\text{As}$ pour la réflexion (002). L'épaisseur de la lame a été vérifiée par microscopie électronique en faisceau convergent.

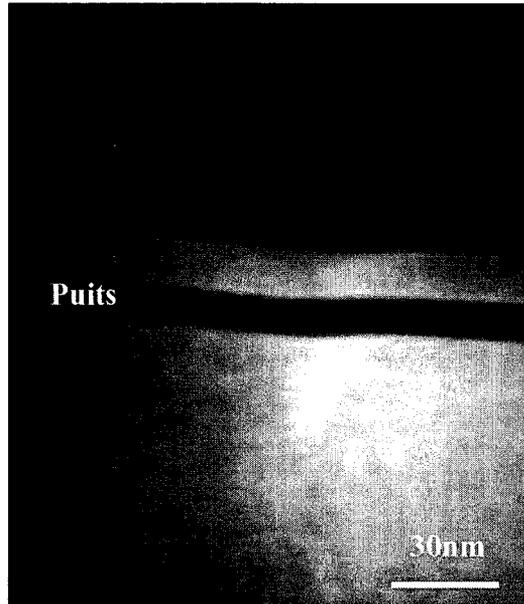


Fig. IV-19 : Image en champ noir (002) du puits InGaAs

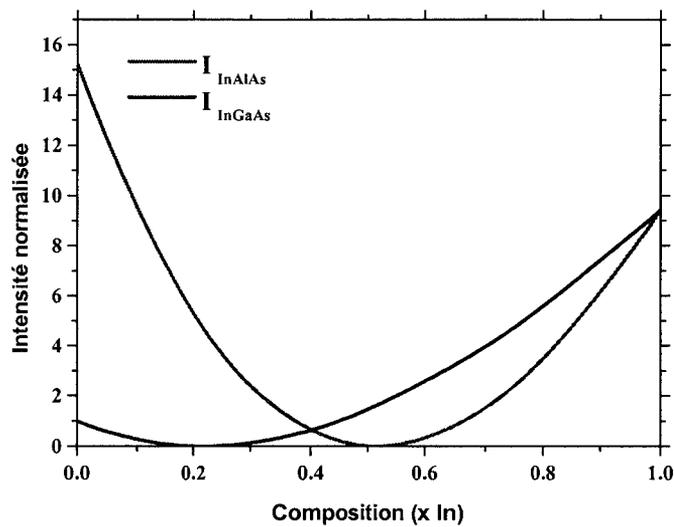


Fig. IV-20 : Courbes cinématiques des intensités en fonction de la composition pour InAlAs et InGaAs

La figure IV-19 représente la vue acquise directement par caméra CCD Gatan en champ noir (002) du canal InGaAs. En pratique, la mesure quantitative des intensités est

impossible, c'est pourquoi seuls les rapports entre intensités sont évalués. Le cas idéal est celui d'un puits InGaAs enterré dans une matrice GaAs dont on connaît l'intensité théorique diffractée [Androussi2001]. Les mesures d'intensité sont effectuées sur le contour $s=0$ (zone la plus claire de l'image). Expérimentalement, le rapport des intensités vaut :

$$I(\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As})/I(\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As})=4,4\pm 0,2 \text{ en } s=0.$$

A partir des courbes d'intensité déduites de la théorie cinématique (Figure IV-20), il serait possible de remonter à la valeur de la composition dans le canal $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}$ [Bithell1989],[MacCaffrey1997]. Une difficulté émerge ici : connaître la valeur d'un rapport d'intensité ne permet pas de remonter pour autant aux compositions des deux matériaux de façon absolue. Une infinité de solutions existent. Il est donc nécessaire de lever l'ambiguïté sur la composition d'un des deux matériaux par une deuxième technique. D'où l'intérêt de la cartographie de réseau réciproque. Les résultats sont présentés ci-dessous.

IV.3. Description des cartographies de l'espace réciproque.

La figure IV-21 représente deux cartographies de l'espace réciproque autour des nœuds (004) du substrat GaAs de l'échantillon.

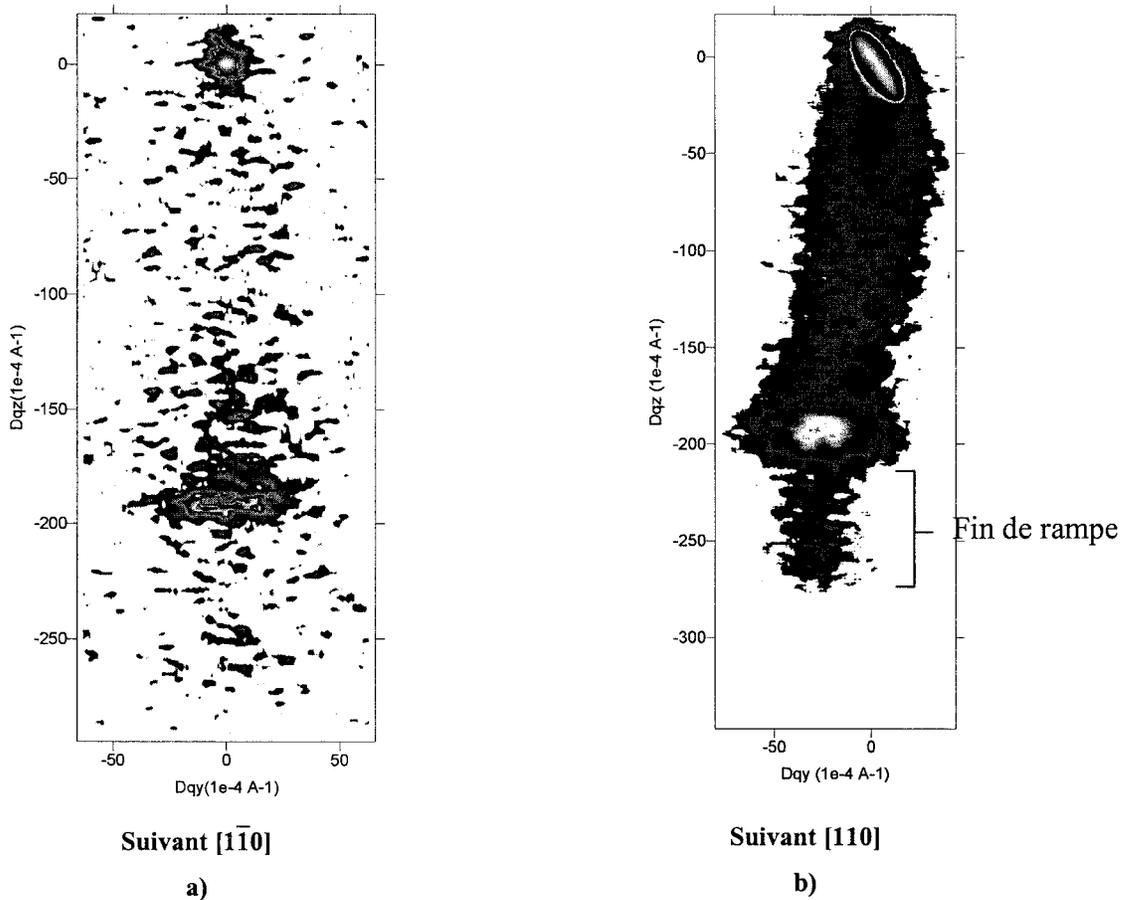


Fig. IV-21 : Cartographie de l'espace réciproque autour du nœud (004) du substrat de la structure HEMT. La carte enregistrée suivant la direction $[1\bar{1}0]$ est obtenue à l'aide de l'analyseur. L'autre carte est enregistrée à l'aide d'une fente de $400\mu\text{m}$.

Les deux cartes sont enregistrées suivant deux géométries différentes :

- La figure IV-21a est enregistrée en mode triple diffraction (avec l'analyseur) suivant la direction $[1\bar{1}0]$. Il n'apparaît pas de tilt important conformément à ce qui a déjà été dit auparavant. Ce mode d'acquisition est choisi afin d'obtenir une bonne précision sur la position du plateau et, par suite, sur les valeurs de composition. En revanche, il est difficile d'obtenir une valeur précise de la position de la fin de rampe, faute d'intensité suffisante.
- La fig IV-21b est enregistrée suivant la direction $[110]$, à l'aide d'une fente fine placée devant le détecteur. La position du plateau est moins bien définie. Un tilt plus important y est visible. Elle montre aussi nettement la fin de rampe. La faible étendue latérale du signal suivant la direction dq_y (i.e. $[110]$) révèle une mosaïcité moindre

dans cet échantillon, c'est-à-dire une faible densité de dislocations dans cette partie de la rampe.

IV.4. Comparaison avec la MET et discussion.

A l'aide de la cartographie de l'espace réciproque, nous pouvons remonter à la composition du canal $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}$. La cartographie de l'espace réciproque en mode TDX donne une composition de $33,9\% \pm 0,3\%$ du plateau $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$. Cette valeur est un peu plus élevée que la valeur initialement attendue.

La figure IV-21 représente le rapport des intensités $I(\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As})/I(\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As})$, intensités calculées à partir de la théorie cinématique. Ce rapport dépend de la composition et permet, en principe, de donner la valeur de la composition de façon univoque lorsque la composition en Indium est la même dans les deux alliages (première hypothèse). Si ce n'est pas le cas, il faut fixer arbitrairement une des deux intensités diffractées (dans notre cas, c'est celle de $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$). Ensuite, il suffit de prendre le rapport entre cette intensité et l'intensité InGaAs tracée à la figure IV-20. C'est la deuxième hypothèse.

Les deux hypothèses sont ainsi les suivantes :

1. Le puits et le plateau possèdent la même composition. Dans ce cas, le rapport des intensités ($4,4 \pm 0,2$) conduit à une valeur de $34,8\% \pm 0,3\%$ d'In dans le puits. Cette valeur est certes proche de la valeur mesurée par cartographie mais en dehors de l'intervalle de recouvrement.
2. Le canal et le plateau ne possèdent pas la même composition. On sait que la composition dans le puits InGaAs est choisie volontairement légèrement supérieure à celle du plateau InAlAs lors de la croissance (+1%) afin de compenser la faible désadaptation de paramètres entre ces deux matériaux. C'est cette hypothèse que l'on retient. Si on prend comme référence la valeur donnée par la cartographie de l'espace réciproque, on obtient une composition d'In dans le canal de 35,2%. Cette valeur est très proche de celle attendue compte tenu de l'erreur commise sur la mesure de la composition dans le plateau au moment de la croissance (35%). L'erreur commise en cartographie de l'espace réciproque provient essentiellement de la précision sur la position du pic d'intensité du plateau de composition. Dans ce cas, elle est estimée à $\pm 0,3\%$ par la méthode donnée au chapitre II. Elle est à prendre en compte dans la

valeur lue sur les courbes d'intensité. L'erreur sur la mesure de la composition en champ noir (002) est alors de $\pm 0,5\%$. Cette hypothèse est donc la seule qui fournit une parfaite compatibilité entre toutes les données (cartographie, MET, croissance). La composition réelle dans le canal est donc de $35,2\% \pm 0,5\%$.

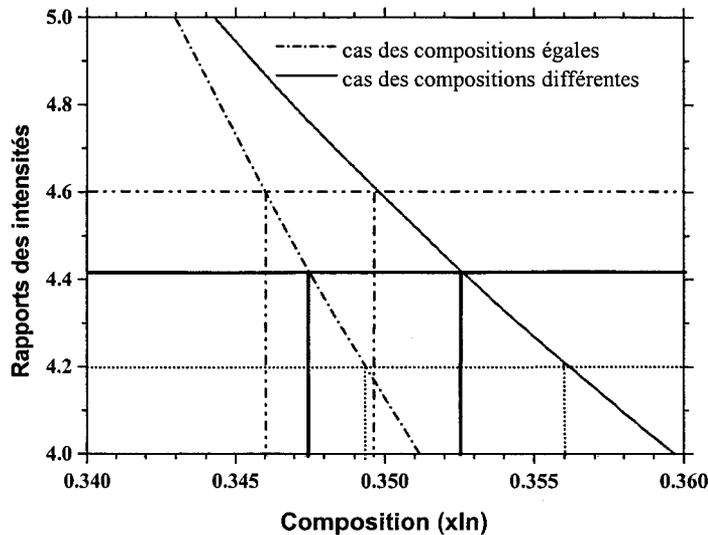


Fig. IV-21 : Variation des rapports d'intensité $I(\text{InAlAs})/I(\text{InGaAs})$ en fonction de la composition. Les rapports sont calculés dans le cas où les compositions entre couche de confinement InAlAs et canal InGaAs sont égales (courbe bleue) ou différent (rouge).

La combinaison des deux techniques de diffraction permet ainsi de remonter à une mesure de la concentration en Indium dans le canal InGaAs du HEMT. Néanmoins ces deux techniques ne sondent pas à la même échelle, ce qui peut engendrer des erreurs d'analyse.

La cartographie de réseau réciproque est une technique donnant une information moyenne sur une plage importante lorsqu'aucune fente n'est utilisée en sortie du monochromateur. La microscopie électronique en transmission donne une information très locale (quelques nm). Si le matériau est hétérogène, la composition mesurée par MET peut être différente de celle mesurée par cartographie. Des précautions sont donc nécessaires dans ce genre de comparaison.

Afin de déterminer l'intensité diffractée, on utilise des valeurs de facteurs de diffusion atomiques tirés des tables de Doyle et Turner [Doyle1968]. Ces facteurs sont donnés dans

l'état isolé. Or les composés étudiés ici sont plus ou moins ioniques et, dans ce cas, les facteurs de diffusion atomiques sont méconnus. La question que l'on pourrait alors se poser est l'influence que peut avoir cette ionicité sur les facteurs de diffusion et, par suite, sur le facteur de structure et sur l'intensité diffractée.

Dans cette étude, la parfaite compatibilité entre la cartographie, la microscopie électronique en transmission et les paramètres de croissance semble montrer que l'influence de l'ionicité sur le calcul de facteur de structure est inférieure à l'erreur de mesure.

V. Influence des recuits sur le comportement élastoplastique des HEMTs $\text{In}_{0.42}\text{Al}_{0.58}\text{As}$ métamorphiques.

Les résultats montrés au chapitre III et au début de ce chapitre semblent indiquer que les rampes simples ou avec plateau ne sont pas thermiquement stabilisées. L'influence de la température de croissance sur la qualité structurale de InAlAs et sur la relaxation de la rampe en est une illustration. Dans la croissance MBE de matériaux fortement contraints, en régime très largement hors équilibre thermodynamique, on sait, et de nombreuses études de recuit l'ont montré, que les sous-structures de dislocations ne sont pas stabilisées. La tenue « thermique » de ces matériaux est essentielle dans les différentes étapes de réalisation du composant, ne serait-ce qu'au niveau des recuits qui permettent d'améliorer le contact ohmique ou Schottky après dépôt des métaux, ou le recuit « flash » qui est connu pour guérir bon nombre de défauts ponctuels introduits précisément dans les opérations de gravure et autres. L'intérêt était ici d'anticiper précisément le comportement thermique des structures HEMTs dans les étapes technologiques successives en effectuant des expériences de recuit ciblées sur des structures test. Nous présentons ici les résultats préliminaires obtenus sur deux HEMTs métamorphiques.

V.1. Recuits réalisés

La structure des deux HEMTs recuits est représentée sur la figure IV-22. Elle est composée de :

- une rampe de 850nm dont la composition finale est de 49%
- un plateau de 50nm de 49%.

- un plateau de composition constante de 43% d'In permettant la réalisation de circuits à la fois de puissance et de faible bruit sur un même substrat [Bollaert2000].

La croissance des couches actives (barrières de confinement InAlAs et canal InGaAs) est effectuée dans les mêmes conditions de température que pour les HEMTs 33%.

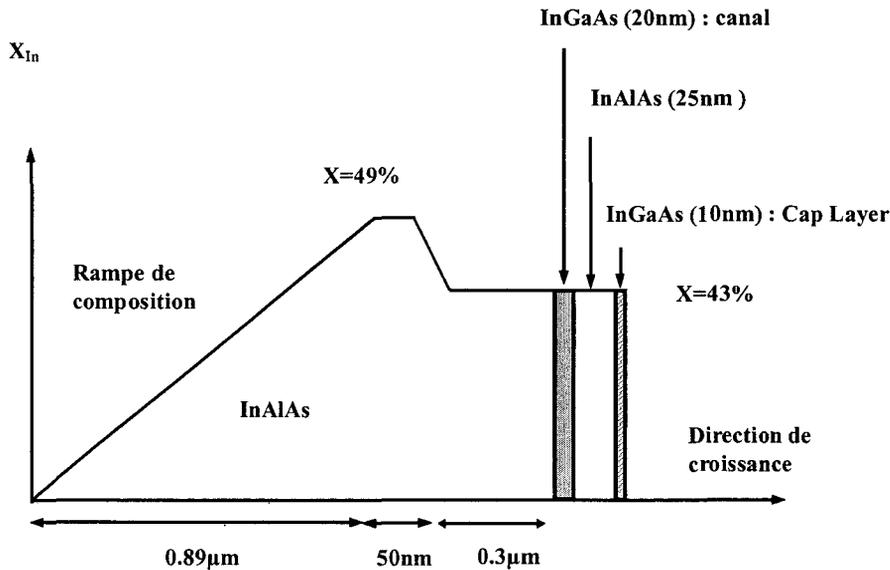


Figure IV-22: Description des HEMTs recuits.

Ces deux échantillons (n92 et n93), identiques au départ, ont subi des recuits différents en température et en durée. Le tableau IV-5 résume les différents recuits effectués. Il est à noter que ces recuits n'ont pas été faits sur les mêmes quarts de plaquettes des plaques deux pouces initiales, ce qui peut introduire une certaine dispersion des résultats.

Trois types de recuits ont été conduits :

- Un recuit à $400^{\circ}C$ pendant 10 mn. La température $400^{\circ}C$ est typiquement la température de réalisation des contacts ohmiques. C'est un optimum qui améliore la qualité du contact ohmique en favorisant l'interdiffusion à courte distance des espèces, sans dégradation excessive du matériau par effet de court-circuit par exemple si la diffusion atteint le canal.
- Un recuit à $650^{\circ}C$ pendant 1 mn. A cette température, la diffusion est accélérée et les phénomènes de montée peuvent prendre le pas sur les phénomènes de glissement dans la suppression des défauts locaux.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

- Un recuit à 700°C pendant 10 sec. C'est un recuit « flash », très utilisé dans les étapes de fin de réalisation des composants. A cette température, la durée très courte de maintien en température permet une diffusion très localisée (quelques distances interatomiques au maximum) des défauts ponctuels, et un abaissement conséquent des contraintes résiduelles induites par les étapes technologiques.

	Recuit 10min 400°C	Recuit 1 min 650°C	10 sec 700°C
n92	X	X	
n93	X		X

Tableau IV-8 : Description des recuits.

V.2. Résultats.

La figure IV-23 montre les cartographies de réseau réciproque de l'échantillon n92 avant recuit et après un recuit de 10 minutes à 400°C.

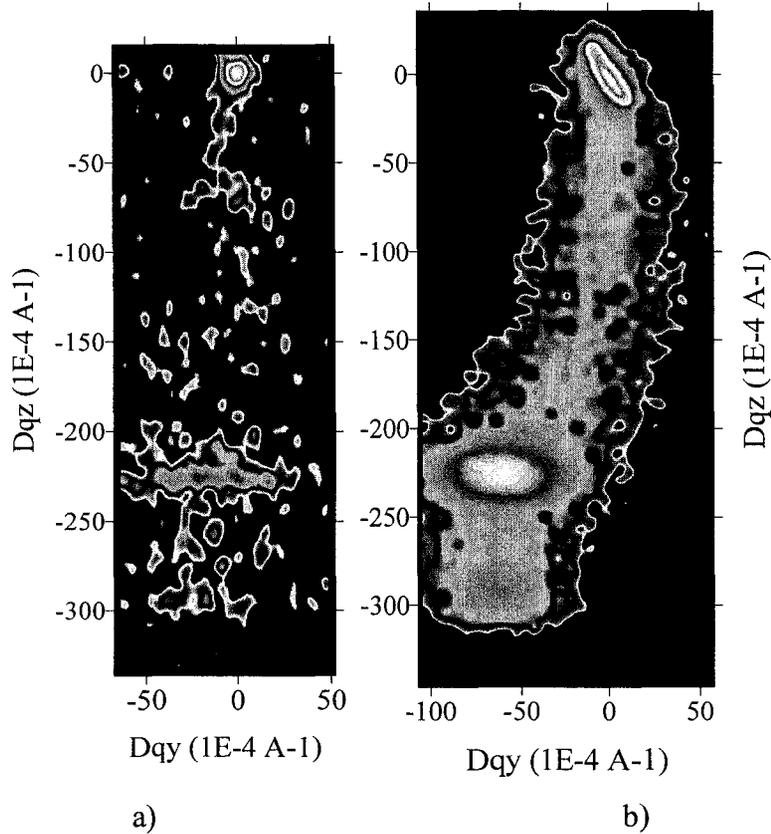


Fig. IV-23 : Echantillon n92 . Evolution des cartographies de réseau réciproque en fonction des recuits effectués.: cartographie de l'espace réciproque suivant [110]

- a) Avant recuit (Analyseur)
- b) Après recuit 10' à 400°C (Fente)

Sur la figure IV-24b on remarque une évolution du tilt très marquée. Ceci est bien révélateur d'une sous-structure de dislocations dans la rampe qui n'est pas totalement stabilisée. Cette absence de stabilisation était attendue compte tenu des écarts aux modèles à l'équilibre établis au chapitre III.

Les tableaux IV-9 et IV-10 résument les résultats obtenus à partir des cartographies. Les caractéristiques X de ces échantillons avant recuit sont également données pour comparaison directe. Comme on peut le constater, les compositions mesurées sont très proches des compositions visées (43%). Par ailleurs, ces compositions sont restées parfaitement stables pendant le recuit.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

Echantillons	n92 avant recuit	n92 Recuit 400°C 10 min.	N92 Recuit 650 °C 1 min.
Tilt suivant[110]	-603''	-1880''	-1350''
Tilt suivant[1-10]	+302''	0''	+300''
Relaxation suivant [110]	95,5 %	96,8 %	102 %
Relaxation suivant [1 $\bar{1}$ 0]	85,4 %	95,5 %	97 %
Composition Plateau	42,6 %	43 %	42,5 %
Fin de rampe	(49,5%)	(49,7%)	(49,7 %)

Tableau IV-9 : Evolution de la relaxation dans le plateau en fonction des recuits effectués pour l'échantillon n92.

On notera l'effet remarquable d'un recuit sur le taux de relaxation R dans ces couches avec décrochement, et ceci dans les deux directions $\langle 110 \rangle$. L'effet apparaît certes plus marqué dans le cas de la direction $[1\bar{1}0]$ associée aux dislocations β . Ceci est bien en accord avec les interprétations du chapitre III qui ont montré que la plus faible mobilité des dislocations β engendrait une relaxation moindre et un durcissement élevé. On peut s'étonner qu'un recuit à 650°C pendant une minute améliore encore le niveau de relaxation, par comparaison avec l'étape 400°C. Il est très vraisemblable que la durée de 10mn choisie pour le recuit à 400°C soit insuffisante pour atteindre un régime stationnaire de relaxation [Lourenço1994], de sorte qu'un caractère métastable subsiste. La même remarque s'applique à un recuit « flash » de 10sec à 700°C (tableau IV-10).

**Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs :
applications aux structures transistors HEMTs .**

Echantillons	n93 Avant recuit	n93 Recuit 700 °C 10 sec.
Tilt suivant [110]	+700''	+120''
Tilt suivant [$\bar{1}\bar{1}0$]	+72''	+480''
Relaxation suivant [110]	99%	99,5 %
Relaxation suivant [$\bar{1}\bar{1}0$]	94,3 %	97 %
Composition		
Plateau	42.3 %	42.2 %
Fin de rampe	49,6	(49,8%)

Tableau IV-10 : Evolution de la relaxation dans le plateau en fonction du recuit effectué : échantillon n93.

Malgré des durées de recuit visiblement trop courtes, on remarquera que d'une part, une relaxation à 100% peut être effectivement atteinte dans ces couches et que d'autre part l'anisotropie disparaît pratiquement. L'origine de l'anisotropie résulte bien de l'existence de contraintes internes résiduelles qu'un recuit bien ciblé permet effectivement de guérir. Ces expériences de recuit, bien que préliminaires, suggèrent à l'évidence une piste, sans doute la seule, qui permette d'atteindre effectivement le stade métamorphique dans une couche III-V plateau, au niveau du canal. Il serait ici pertinent de poursuivre une étude de la rugosité de surface dans différentes conditions de température et de recuit, soit in-situ, soit ex-situ comme dans le cas présent, pour vérifier l'influence d'un recuit sur le degré de lissage des surfaces.

VI. Empilement de deux HEMTs métamorphiques sur un même support

La superposition de plusieurs structures transistors sur un même substrat a déjà été réalisée [Hurm1997]. L'idée sous-jacente est l'intégration de plusieurs dispositifs composants sur un même support (structures de type MMIC). Elle se heurte en général à l'inconvénient majeur de la désadaptation de paramètre de maille d'une ou de plusieurs de ces structures par rapport au substrat. L'utilisation de structures métamorphiques a été proposée pour tester cette idée. Shih *et al.* [Shih1994] ont montré qu'il était possible d'élaborer deux structures superposées InAlAs/InGaAs métamorphiques sur un substrat GaAs. Ces deux structures étaient identiques, c'est-à-dire possédaient le même paramètre de maille. L'idée a été reprise dans le cadre de ce travail avec pour objectif un essai d'intégration de deux composants HEMTs sur un même support :

- l'un, $\text{In}_{0.33}\text{Al}_{0.67}\text{As}/\text{In}_{0.34}\text{Ga}_{0.66}\text{As}$, destiné à des applications de puissance.
- l'autre, $\text{In}_{0.52}\text{Al}_{0.48}\text{As}/\text{In}_{0.53}\text{Al}_{0.47}\text{As}$, destiné à des applications en faible bruit.

L'objectif de l'étude est ici de montrer que l'optimisation des paramètres de croissance du matériau métamorphique (couple gradient/décrochement optimal, recuit) permet d'obtenir une très bonne qualité structurale des deux structures HEMTs empilées.

VI.1. Description de la structure

La figure IV-24 représente la structure complète. Elle est composée de deux rampes de composition linéaires suivies de décrochements. La première, d'une épaisseur de 835 nm (mesurée par MET), démarre à une composition de l'ordre de 1,5% pour atteindre 42% en fin de rampe. La température de croissance était de 400°C dans le buffer. Un recuit de 10 min à 500°C a été effectué afin de stabiliser la rampe (paragraphe IV-5). Ensuite, un plateau de 290nm a été déposé avec une composition visée de 33%. La température de croissance a été portée à 500°C dans le dernier tiers du plateau. Les couches actives ont été ensuite épitaxiées à cette température. Les valeurs réelles, un peu plus élevées que les valeurs visées, ont été déterminées par Cartographie de l'espace réciproque.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

Une deuxième rampe linéaire de 600nm d'épaisseur a ensuite été déposée, de nouveau à la température de 400°C pour la rampe et le plateau, depuis la valeur 33% jusqu'à la valeur 59%. La composition visée de la deuxième rampe va de 33% à 59%. Puis, un plateau de 320nm à 52% a été déposé. La composition visée de 52% pour InAlAs et InGaAs est celle pour laquelle ces matériaux sont pratiquement adaptés en paramètres de maille au substrat InP. Dans le plateau de composition, une remontée en température est effectuée afin d'élaborer les couches actives de la même façon et à la même température que le HEMT à 33%.

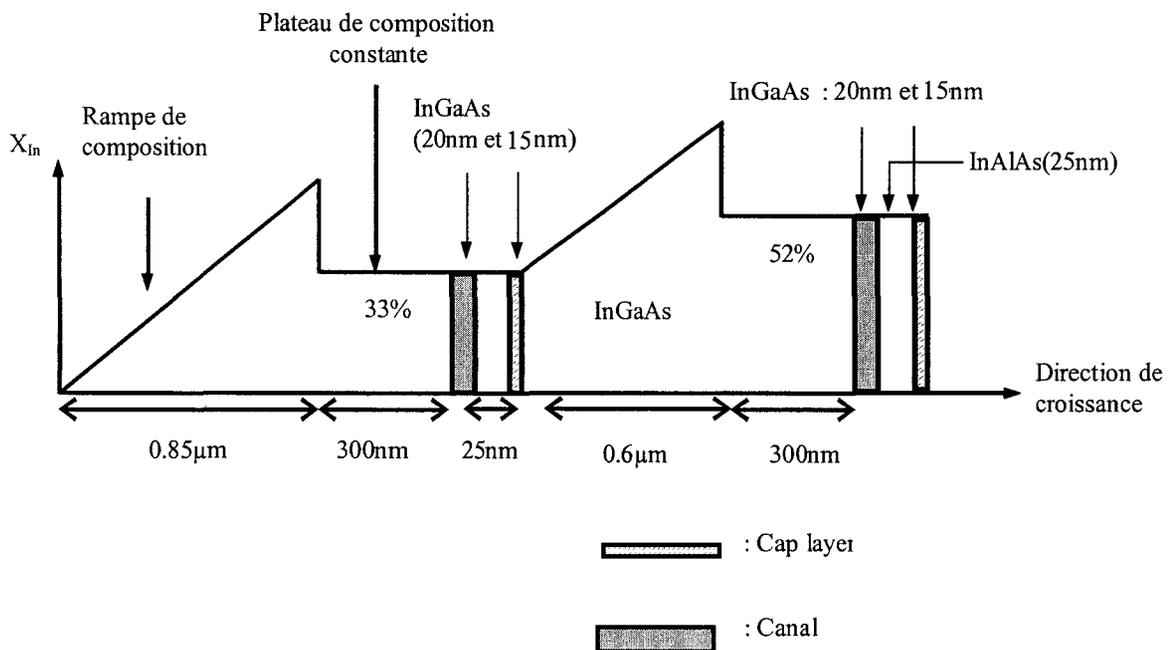


Fig. IV-24 : Schéma de principe de la structure composée de deux HEMTs métamorphiques superposés.

La figure IV-25 montre l'évolution de la composition mesurée par diffraction X à l'aide de la méthode décrite au chapitre III. Les deux rampes de composition sont parfaitement visibles, ainsi que les deux plateaux et les décrochements. Les valeurs mesurées pour les plateaux (34,7% et 52,6%) et pour les décrochements (40,5%-34,7%) et (57,6%-52,6%) sont en assez bon accord avec les valeurs visées.

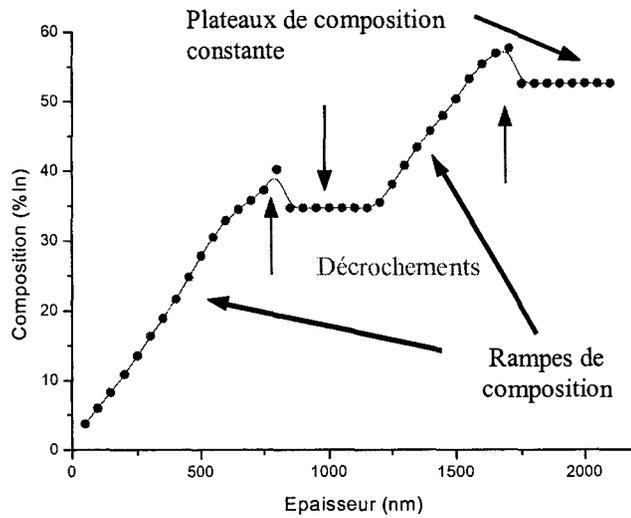


Fig. IV-25: Mesure de la composition dans les deux rampes successives.

Les couches actives ont été observées par microscopie électronique en transmission en cross-section (Fig. IV-26). L'image en champ noir (002) de la vue par la tranche de l'échantillon montre la présence du canal (noté P) et de la couche contact (notée CC) du premier HEMT (à 33%). Le décrochement de composition est bien visualisé par la ligne claire sur l'image. A cette échelle, la morphologie du décrochement est peu marquée, nettement moins que lorsque la température de croissance est de 500°C (paragraphe IV-2). On peut remarquer la bonne qualité du plateau de composition constante (zone claire) du premier HEMT. Il n'y a pas de dislocations observées dans cette zone, que ce soit en champ noir (002) ou en champ noir (220), à l'échelle de l'observation.

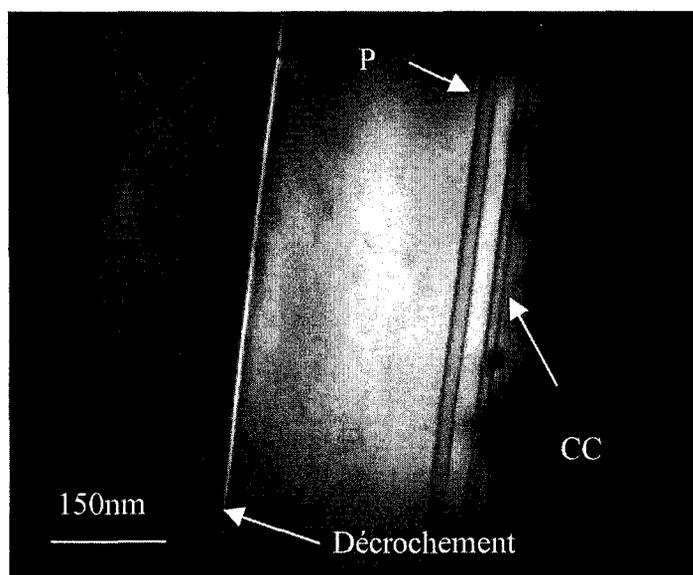


Fig IV-26 : Image en champ noir (002) de la structure HEMT 33% : sont visibles le canal InGaAs (P) et la couche contact (CC) du HEMT 33%.

L'intensité diffractée par le canal, dont le profil est donné à la figure IV-27, présente une ligne plus sombre au niveau des interfaces. La présence de pics sombres a été récemment mise en évidence dans des hétérostructures à base de nitrure et a été attribuée, à l'aide de simulations numériques, à la diffusion des espèces chimiques (N, In) aux interfaces [Grillo2001]. De même, dans la double structure HEMT, la variation d'intensité observée au niveau du canal InGaAs est très vraisemblablement liée à une ségrégation d'impuretés dans les interfaces, et en particulier à celle de l'indium, dont l'aptitude à la ségrégation en surface ou interface par effet de surfactant est bien connue. On peut remarquer un profil de couche active (figure IV-27) différent de celui de l'échantillon n71 (paragraphe IV-4). L'élargissement du profil d'interface dans le cas présent peut traduire une durée de diffusion accrue consécutive à la croissance du deuxième HEMT, temps de croissance assimilé à un recuit thermique d'une heure à 400°C pour le premier HEMT, suivi d'un recuit d'une vingtaine de minutes à 500°C.

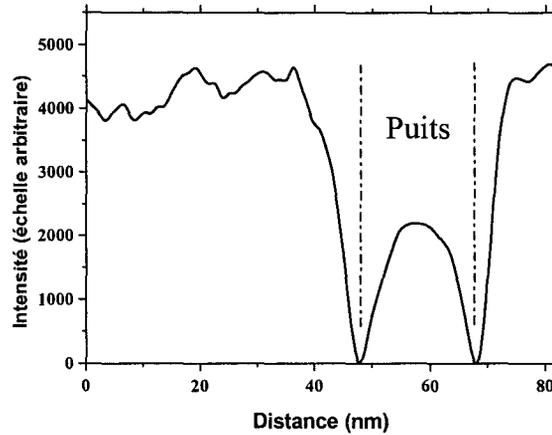


Fig. IV-27 : Profil d'intensité à travers le puits du premier HEMT de la double structure.

VI.2. Résultats de cartographie X

La figure IV-28 montre deux cartes (004) obtenues suivant les directions $[110]$ et $[\bar{1}\bar{1}0]$. La présence des deux plateaux de composition constante y est particulièrement visible. L'évolution du tilt est linéaire dans la direction $[110]$. Les valeurs atteintes sont relativement importantes pour les deux HEMTs ($900''$ et $1150''$ respectivement). L'importance du tilt observé pour la première rampe peut être reliée à l'utilisation du recuit de la rampe avant la croissance du plateau de composition constante (paragraphe IV-5). En effet, cette valeur apparaît très importante si on la compare à celles obtenues dans un HEMT non recuit mais de gradient similaire ($47\%/μ\text{m}$) (cf. paragraphe III-3). L'autre direction présente un tilt comparativement plus faible ($450''$).

Dans le deuxième HEMT, la rotation liée aux dislocations α est encore accentuée ($1150''$) alors que le gradient de la deuxième rampe est modéré ($38\%/μ\text{m}$). Pour la mesure de cette valeur, c'est le substrat GaAs qui est la référence. Or, le substrat de ce deuxième HEMT n'est plus le substrat GaAs mais le plateau $\text{In}_{0,67}\text{Al}_{0,33}\text{As}$ du premier HEMT. Par rapport à cette nouvelle référence, la rotation du deuxième HEMT est relativement faible ($250''$), du même ordre de grandeur que le tilt mesuré dans un HEMT non recuit avec un gradient similaire. La rotation est alors essentiellement due à un effet cumulatif.

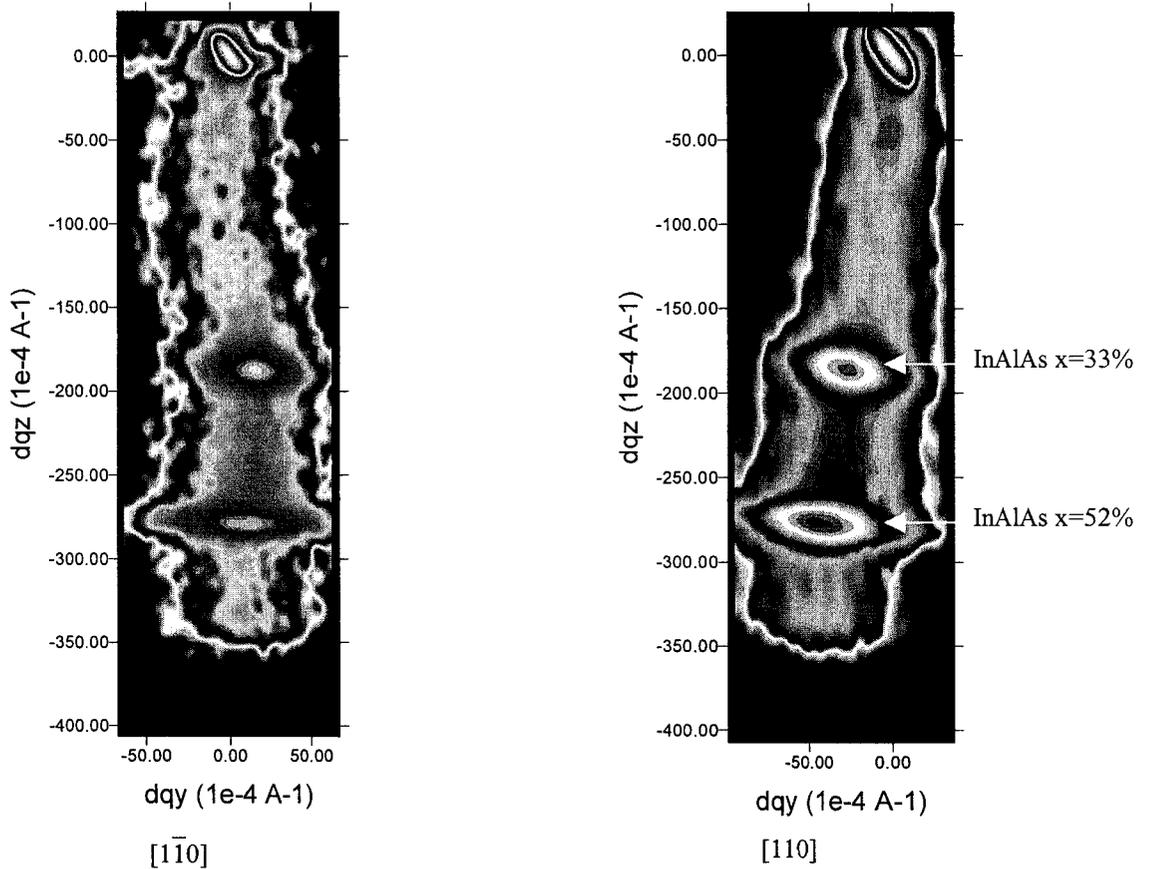


Fig. IV-28 : Cartographies de l'espace réciproque autour des nœuds (004) du substrat de l'échantillon composé de deux HEMTs métamorphiques superposés.

VI.2.a Evolution de la déformation résiduelle dans l'épaisseur.

La figure IV-29 montre l'évolution de la déformation en fonction de l'épaisseur.

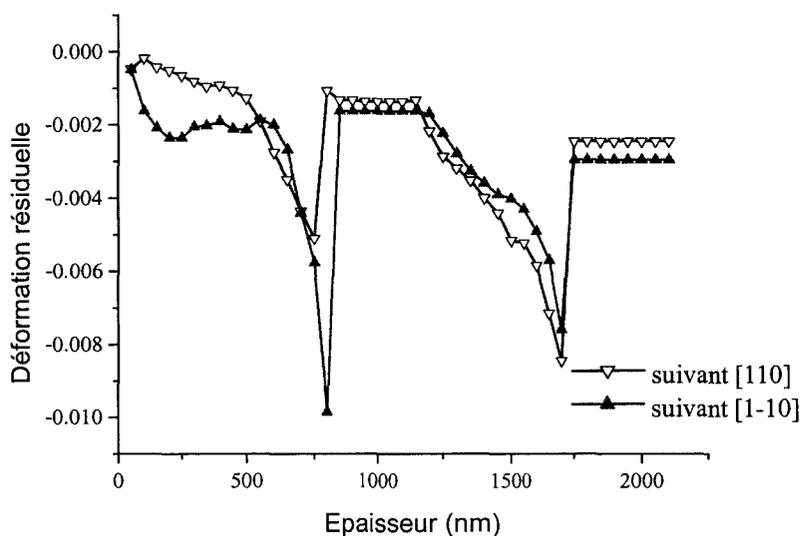


Fig. IV-29 : Suivi de la contrainte résiduelle dans les deux directions $\langle 110 \rangle$ en fonction de l'épaisseur.

Les positions des deux plateaux de composition constante, l'un commençant à environ 850nm, l'autre à 1750nm, sont parfaitement délimitées. Ces plateaux présentent des déformations faibles et constantes aux erreurs de mesures près. Les déformations résiduelles mesurées sont de :

- $-0,14\%$ dans la direction $[110]$ et $-0,16\%$ dans la direction $[1\bar{1}0]$ pour le premier HEMT.
- $-0,24\%$ dans la direction $[110]$ et $-0,29\%$ dans la direction $[1\bar{1}0]$ pour le second HEMT. Par conséquent, le plateau à 52% apparaît plus contraint que celui à 33%.

Ces valeurs qui restent relativement élevées (paragraphe IV-3) suggèrent que les décrochements de composition n'ont pas été parfaitement ciblés dans cette structure.

Dans la première rampe (épaisseur inférieure à 850nm), on observe bien les comportements distincts des deux familles de dislocations. La déformation résiduelle mesurée dans la direction des dislocations α est faible comparativement à la direction des dislocations β . Entre 600nm et 850nm, la déformation résiduelle augmente fortement pour atteindre 0,6% et 0,95% environ dans les deux directions. Ce comportement est logique et correspond à la zone contrainte élastiquement observée en fin de rampe. La faible déformation résiduelle dans le plateau est la conséquence de l'effet du décrochement de composition. L'épaisseur de

rampe restant contrainte est inférieure à la valeur attendue par le modèle de Tersoff tout en restant dans l'ordre de grandeur (200nm mesurée par TDX et confirmée par MET contre 220nm théoriquement).

La deuxième rampe (entre 1200nm et 1700nm) a un comportement qui paraît différent puisque la contrainte augmente fortement dans les deux directions. Une accentuation est visible au voisinage de la surface : la déformation résiduelle atteint -0.85% dans les deux directions. La zone exempte de dislocations (« zone de Tersoff ») est plus difficile à déterminer. Ce qui a été établi pour les structures à 30% et à 40% ne semble donc pas directement transposable pour cette structure à 52%. Ceci peut tenir à sa particularité : en effet, on démarre ici la croissance d'une rampe déjà riche en indium (33% jusqu'à 59%) sur une surface déjà rugueuse (cross-hatch) d'une couche bien relaxée (HEMT 33%).

VI.2.b Evolution de la densité de dislocations en fonction de l'épaisseur.

Une des questions intéressantes dans cette configuration des deux HEMTs est de savoir comment se produit le confinement des dislocations de désadaptation de réseau de la deuxième structure HEMT. Il est nécessaire que ces dislocations s'agencent dans la deuxième rampe de composition et non dans le plateau du premier HEMT pour conserver les propriétés électroniques et de transport de celui-ci. La figure IV-30, déduite des cartographies, montre effectivement que les dislocations restent confinées au début de chaque rampe (entre 0 à 650nm pour la première rampe, entre 1200 à 1550nm pour la deuxième).

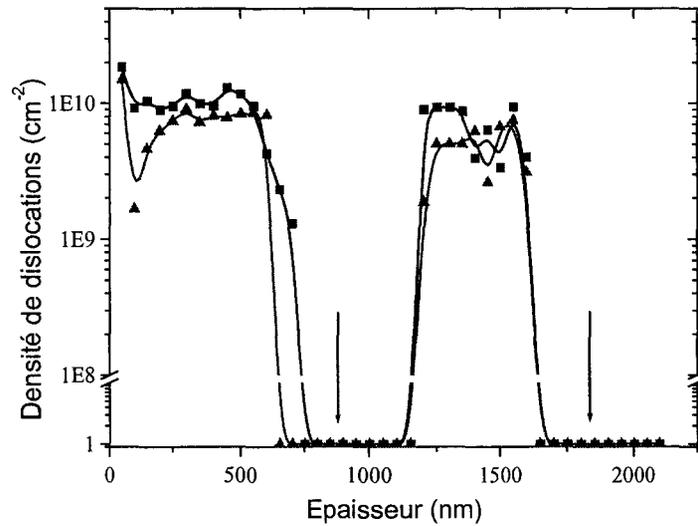


Fig. IV-30 : Evolution de la densité de dislocations en fonction de l'épaisseur. Les triangles rouges représentent la densité de dislocations β alors que les carrés bleus représentent la densité de dislocations α . Les deux flèches indiquent les positions des décrochements de composition.

Les positions des décrochements de composition sont indiquées par les deux flèches sur la figure IV-30. La cartographie met en évidence un confinement très important des dislocations dans les rampes. On notera en particulier qu'il n'y a pas eu propagation des dislocations nucléées dans la deuxième rampe vers le plateau de composition constante à 33%. Ce résultat est confirmé par l'image MET en champ noir (220) de la structure vue par la tranche (fig IV-31).

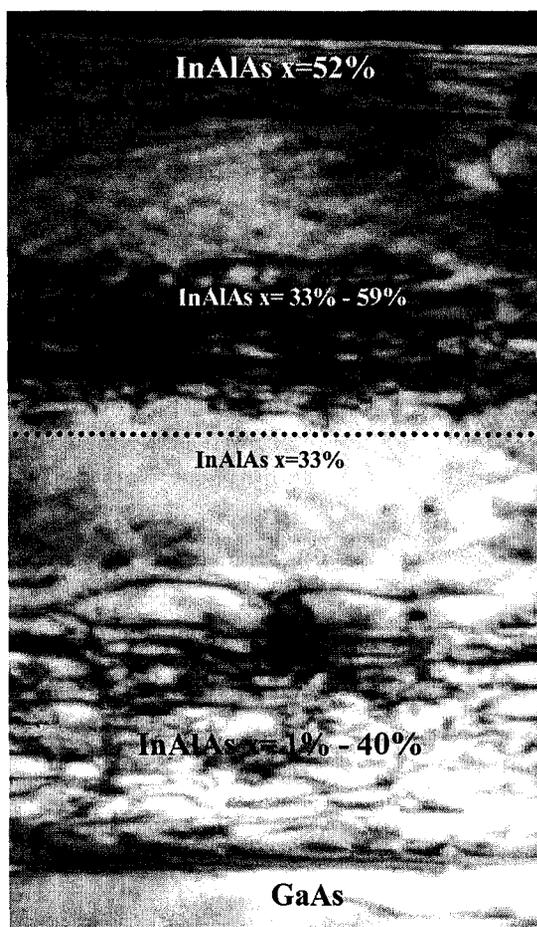


Fig. IV-31 : Image de la structure « double HEMT » vue par la tranche. Champ noir (220). Corrélation avec la mesure de densité effectuée par cartographie de l'espace réciproque. Les pointillés indiquent la position du puits déterminée en champ noir (002).

La figure IV-31 montre que les dislocations nucléées dans la deuxième rampe de composition ne se propagent pas dans le plateau de composition constante à 33%. Ceci peut s'expliquer par le modèle de Dunstan ([Dunstan1996], chapitre III). La relaxation atteinte dans le plateau à 33% est proche des 100%. Puisqu'il y a une désadaptation de paramètre de maille entre le plateau à 33% et la deuxième rampe de composition, une relaxation plastique va apparaître une fois l'épaisseur critique de la deuxième rampe dépassée. Les dislocations de misfit vont se disposer à l'interface entre la rampe et le plateau qui joue ici le rôle de substrat pour la seconde rampe étant donné qu'il est parfaitement relaxé. C'est pourquoi la qualité des couches actives à 33% est préservée (Fig. IV-28).

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

A l'aide de la cartographie, nous pouvons comparer les densités de dislocations ρ mesurées avec celles prévues par le modèle de Tersoff (voir tableau IV-10). Les valeurs théoriques, calculées à l'aide de l'équation IV-3 (voir chapitre III), sont du même ordre de grandeur dans les deux rampes car la différence entre les deux gradients n'est pas très importante (38%/μm et 47%/μm).

$$\rho(z) = \frac{\varepsilon'(z)}{b_e}, 0 \leq z \leq z_c \quad \text{Equation IV-3}$$

où ε' est le gradient de déformation en z , b_e la composante du vecteur de Burgers efficace pour la relaxation.

La rampe du premier HEMT présente une densité de dislocations α très proche de la densité théorique. Cela confirme le fait que, dans cette structure, la densité de dislocations α peut atteindre la valeur à l'équilibre prévue par l'ensemble des modèles et notamment celui de Tersoff. Cet équilibre est atteint à l'aide du recuit effectué en fin de croissance mais aussi grâce à la croissance de la deuxième structure HEMT (52%). La densité de dislocations β est plus faible que la densité de dislocations calculée à l'équilibre. Cela signifie que même après des temps de recuits relativement longs, ce sous-réseau de dislocations n'atteint pas l'équilibre. Ceci explique l'importance systématiquement mesurée de la déformation résiduelle liée à ces dislocations. Pour le premier HEMT, la zone exempte de dislocations visible en cartographie concorde parfaitement avec celle observée en MET (200nm et 205nm par cartographie et 195nm par MET). Ces valeurs montrent la très bonne corrélation entre ces deux techniques.

Si la valeur de l'épaisseur de la zone exempte de dislocations est proche du modèle de Tersoff pour la première rampe, il n'en est pas de même pour la seconde (environ 200nm mesurés contre 245nm calculés). Cette différence peut s'expliquer par la déformation résiduelle présente dans la deuxième rampe. La condition donnée par Tersoff (déformation résiduelle nulle) n'est plus valide : en effet, la relaxation n'est pas complète dans toute la rampe. Cette hypothèse est très bien corrélée avec les mesures de densités de dislocations effectuées dans la rampe, qui sont inférieures aux densités données par le modèle de Tersoff.

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs : applications aux structures transistors HEMTs .

		HEMT 33%	HEMT 52%
« Zone de Tersoff » théorique		220nm	245nm
« Epaisseur de Tersoff » mesurée	TDX	200nm	200nm
	MET	190nm	190nm
Densité de dislocations mesurée dans la rampe	[110] : α	$1,3 \cdot 10^{10} \text{cm}^{-2}$	$7 \cdot 10^9 \text{cm}^{-2}$
	[110] : β	$8 \cdot 10^9 \text{cm}^{-2}$	$5 \cdot 10^9 \text{cm}^{-2}$
Densité « théorique » de dislocations dans la rampe		$1,6 \cdot 10^{10} \text{cm}^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{10} \text{cm}^{-2}$

Tableau IV-10 : Epaisseurs libres de dislocations mesurées en fin de rampe par cartographie et par MET pour les deux structures HEMTs.

VI.3. Conclusion

Par cartographie de réseau réciproque et microscopie électronique en transmission, nous avons montré que la réalisation de deux structures métamorphiques superposées de compositions différentes était possible tout en conservant une bonne qualité structurale aux deux structures HEMTs.

Nous avons observé :

- que les plateaux étaient correctement relaxés grâce aux décrochements de composition avec toutefois une relaxation moindre dans le plateau à 52%.
- que les dislocations étaient bien confinées dans les premières parties des rampes et que les dislocations générées dans la deuxième structure ne se propageaient pas dans la première.

Les performances électroniques ont été évaluées pour les deux HEMTs de cette double structure [Cordier2001]. Les performances atteintes par les deux transistors ne sont pas très éloignées des performances mesurées sur de simples structures métamorphiques (par exemple 20-25% de diminution en terme de fréquence de coupure intrinsèque) et ce, malgré la

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs :
applications aux structures transistors HEMTs .

complexité de la structure complète. Le HEMT enterré (33%) ne montre pas de réelle dégradation de ses propriétés malgré la croissance du second HEMT. Ce résultat a été rendu possible grâce au très bon contrôle de la relaxation des contraintes dans les deux rampes de composition.

VII. Conclusion du chapitre IV



Au cours de ce chapitre nous avons étudié les problèmes rencontrés lors de la croissance d'un matériau réellement métamorphique. Deux points cruciaux sont apparus :

Tout d'abord, nous avons mis en évidence que le caractère métamorphique ne pouvait pas être atteint sans l'utilisation d'un décrochement de composition. Nous avons donc tout d'abord défini les conditions sur la valeur du décrochement de composition. En effet, si le décrochement de composition n'est pas exactement adapté, il en résulte une déformation résiduelle élevée, cette déformation pouvant être relaxée élastiquement par une augmentation de la rugosité de surface (paragraphe IV-2). Une telle situation est à éviter car à la fois la rugosité et la déformation résiduelle limitent les performances du composant.

Ensuite, nous avons mis en évidence la grande influence des conditions de croissance, et notamment la température de croissance, dans l'obtention d'un plateau ne présentant pas de défauts de surface. La réalisation d'une couche composant est donc passée par une optimisation de l'évolution de la température de croissance dans le plateau. Un décrochement bien adapté et une montée de la température de croissance optimisée ont permis de réaliser des structures HEMTs métamorphiques présentant de très bonnes performances (paragraphe IV-3). En revanche, il semble nécessaire de trouver d'autres voies pour limiter la rugosité de surface ainsi que la décomposition de l'alliage. L'emploi d'un alliage AlGaInAs pourrait être une solution. Par l'étude de recuits, nous avons aussi montré le caractère très métastable de nos échantillons (paragraphe IV-5). La prise en compte de cet aspect est essentielle puisque de nombreux recuits sont utilisés lors de la réalisation d'un composant. Un recuit bien ciblé s'avère en outre être la « bonne » piste pour annuler les contraintes internes héritées de la relaxation plastiques.

Enfin, la détermination des optima de croissance (gradient, décrochement, température, recuits) a démontré la faisabilité de la réalisation de deux HEMTs métamorphiques superposés de compositions différentes, ce qui met en exergue l'intérêt de la filière métamorphique dans l'intégration de composants (paragraphe IV-6). La composition du canal du HEMT à 33% a par ailleurs été déterminée par une technique originale mettant en jeu la microscopie électronique en transmission et la cartographie de réseau réciproque.

VIII. Bibliographie du chapitre IV

- [Androussi2001]**
Y. Androussi, D. Ferré and A. Lefebvre
App. Surf. Sci. **177**(4), p. 258 (2001)
- [Bithell1989]**
E.G. Bithell et W.M. Stobbs
Phil. Mag. **A60**, p. 39 (1989)
- [Bollaert2000]**
S. Bollaert, Y. cordier, M. Zaknoute, H. Happy, V. Hoel, S. Lepilliet, D. Théron et A. Cappy
Solid-State Electronics **44**, p1021 (2000)
- [Bollaert2001]**
S. Bollaert, Y. cordier, M. Zaknoute, T. Parenty, H. Happy, A. Cappy
Ann. Telecommun. **56**(1-2), p. 15 (2001)
- [Cordier1999]**
Y. Cordier, S. Bollaert, M. Zaknoute, J. Di Persio et D. Ferré
Jpn. J. Appl. Phys. **38**, p. 1164 (1999)
- [Cordier2001]**
Y. Cordier, M. Zaknoute, S. Trassaert et J-M. Chauveau
J. Appl. Phys. sous presse, 1 décembre 2001
- [Doyle1968]**
P.A. Doyle et P.S. Turner
Acta Cryst. A **24**, p. 390 (1968)
- [Dunstan1991]**
D.J. Dunstan
Semicond. Sci. Technol. **A6**, p. 76 (1991)
- [Dunstan1996]**
D.J. Dunstan
Phil. Mag. A **73**(5), p. 1323 (1996)
- [Freund1990]**
L.B. Freund
J. Appl. Phys. **68**, p. 2073 (1990)
- [Gendry1995]**
M. Gendry et G. Hollinger
Proceedings of the 1st International Conference on Semiconductor Heteroepitaxy Motpellier, France,
Juillet1995
- [Grinfield1989]**
M.A. grinfield
Sov. Phys. dokl **31**, p.621 (1989)
- [Grillo2001]**
V. Grillo, M. Albrecht, T. Remmele, H.P. Strunk, A.Y. Egorov et H. Riechert
J. Appl. Phys. **90**, p.3792 (2001)
- [Hurm1997]**
V. Hurm *et al.*
Electron. Lett., **33**, 1653 (1997)
- [Hoke2000]**
W.E. Hoke, P.S. Lyman, C.S. Whelan , J.J. Mosca, A. Torabi, K.L. Chang et K.C. Hsieh
J. Vac Sci. Technol. **B18**(3), p.1638 (2000)
- [Hoke1999]**
W.E. Hoke, P.J. Lamoniias, J.J. Mosca, P.S. Lyman, A. Torabi, P.F. Marsh, R.A. Mc Taggart, S.M.
Lardizabal et K.Hetzler
J. Vac. Sci. Technol. **B17**(3), p.1131 (1999)
- [Jacob1997]**
D. Jacob, Y. Androussi, T. Benabbas, P. François, D. ferré, A. Lefebvre, M. Gendry et Y. Robach
J. Cryst. Growth **179**, p. 331 (1997)

Chapitre 4 : Caractérisation du matériau InAlAs métamorphique sur GaAs :
applications aux structures transistors HEMTs .

- [Lourenço1994]**
M.A. Lourenço, K.P. Homewood et L. Considine
Mat. Sci. Eng. **B28**, p.507 (1994)
- [Lubyshev2001]**
Lubyshev *et al.*
J. Vac Sci. Technol.
- [MacCaffrey1997]**
J. P. McCaffray *et al.*
Phil. Mag. A **75**, p. 803 (1997)
- [Molina1995]**
S.I. Molina *et al.*
Appl. Phys. Lett. **65**, 2460 (1994)
- [Okada1997]**
T. Okada, G.C. Weatherly, et D.W. McComb
J. Appl. Phys. **81**(5), p. 2185 (1997)
- [Oustric1996]**
M. Oustric
Thèse de l'université de Ecole centrale de Lyon
- [Priester2000]**
C. Priester et G. Grenet
Phys Rev. B **61**(23) p.16029 (2000)
- [Romanato1999]**
F. Romanato, E. Napolitani, A. Carnera et A. V. Drigo
J. Appl. Phys. **86**(9) (1999)
- [Shih1994]**
D.W. Shih *et al.*
Electron. Lett. **30**, p. 1713 (1994)
- [Tersoff1993]**
J. Tersoff
Appl. Phys. Lett, **62** (1993) 693
- [Venet1998]**
T. Venet
Thèse de l'Ecole Centrale de Lyon, 1999
- [Zaknounge2000]**
M. Zaknounge *et al.*
Solid-State Elec. **44**, p.1685 (2000)

CONCLUSION GENERALE

Au cours de ce travail, nous avons étudié l'influence des conditions de croissance sur la relaxation élastique et plastique de couches tampon InAlAs à rampe de composition graduelle, avec pour objectif l'application de ces structures à la réalisation de transistors HEMTs. Ces couches ont été caractérisées par cartographie X de l'espace réciproque, par microscopie à force atomique et par microscopie électronique en transmission.

Dans une première partie, nous nous sommes intéressés aux rampes simples. Nous avons tout d'abord montré que ces couches tampons permettaient de remplir les trois rôles pour lesquels elles ont été choisies :

- relaxer la forte contrainte de désadaptation de réseau entre couche active et substrat à l'aide de dislocations de désadaptation de réseau
- filtrer les dislocations afin d'éviter la présence de dislocations émergentes en trop grand nombre
- maintenir un mode de croissance bidimensionnel lors de la croissance des couches.

Dans un premier temps nous avons vu que l'on parvient à relaxer la majeure partie de la déformation initiale grâce à une rampe de composition graduelle. La déformation résiduelle mesurée dépend fortement des conditions de croissance et notamment du gradient et de la composition au démarrage de l'épitaxie. La maîtrise de la relaxation passe par une maîtrise de l'anisotropie de relaxation qui est due aux deux types de dislocations de désadaptation de réseau (α et β). Cette anisotropie est essentiellement contrôlée par le comportement des dislocations α . Nous avons observé que l'anisotropie de relaxation était très forte pour les rampes démarrant à très faible taux d'indium, et qu'un démarrage abrupt permettait de la limiter par l'activation de tous les systèmes des dislocations β . En contrepartie, un tel démarrage engendre l'apparition d'un durcissement au cours de la croissance limitant ainsi la relaxation en fin de rampe.

Nous avons accordé aussi une place prépondérante à l'étude de la morphologie de surface. Il apparaît notamment qu'une anisotropie est toujours présente au niveau de la morphologie de surface et que cette anisotropie est peu sensible à la structure fine des réseaux de dislocations sous-jacents. Par contre, nous avons établi un lien entre la rotation des couches (tilt) due aux dislocations de type β et cette morphologie à travers la présence d'accidents en

Conclusion générale

surface caractéristiques (« fronts de croissance »). Il est possible de supprimer leur présence par un choix judicieux du gradient de composition.

Enfin, dans l'alliage InAlAs, nous avons observé la présence d'une forte modulation de composition dont la structure est très particulière. Cette modulation est influencée par la morphologie de surface et par les conditions cinétiques de croissance (rapport V/III). Cette décomposition d'InAlAs en présence de la contrainte semble aussi beaucoup influencer la rugosité de surface. L'étape suivante consiste à comprendre le rôle de l'aluminium dans la rugosification, et par suite, limiter cette rugosité. C'est ce que nous entreprenons actuellement. Elle devra aboutir à mettre en place une stratégie quelque peu différente lors de la croissance, essentiellement en terme de température de croissance de la rampe. Néanmoins, obtenir des informations sur le comportement de la surface en cours de croissance ne sera rendu possible que par l'utilisation de techniques de caractérisation in-situ, et notamment l'utilisation croisée du RHEED dans les deux directions et de la réflectivité différentielle. Une autre voie pourrait être l'utilisation d'un alliage quaternaire InAlGaAs.

Nos résultats ont montré par ailleurs que la fin de rampe restait très contrainte et qu'une épitaxie directe de l'hétérostructure sur une fin de rampe ne permettait pas une relaxation totale des couches actives. C'est pourquoi un décrochement de composition a été inséré avant la croissance de ces couches. Nos résultats indiquent qu'il est possible d'obtenir des taux de relaxation toujours supérieurs à 95% dans ce cas. De tels taux de relaxation ne sont jamais atteints sans décrochement de composition. Nous avons aussi montré à quel point il était fondamental d'optimiser la valeur du décrochement de composition qui est fonction de l'état de contrainte de la fin de rampe.

A travers cette étude, nous avons pu constater la grande influence de la température de croissance sur la qualité structurale du plateau et sur la morphologie de surface. L'obtention d'un plateau de composition ne présentant pas de défauts en surface ne peut être achevée qu'à l'aide d'une optimisation de l'évolution de la température de croissance dans le plateau de composition constante. C'est l'association d'une évolution particulière de la température de croissance et d'un décrochement de composition optimisé qui permet de réaliser des structures HEMTs présentant des performances électroniques à l'état de l'art.

A cause de la très grande métastabilité des couches, une relaxation totale dans les deux directions est rarement atteinte, ce qui rend délicate la mise en œuvre des étapes technologiques de réalisation des composants transistors. Afin de résoudre ce problème, il semble que la voie la plus prometteuse soit l'utilisation de recuits au cours de la croissance. Leur utilisation ainsi que celle d'optima de croissance (gradient, température) a démontré la faisabilité de la réalisation de deux HEMTs métamorphiques superposés, de compositions différentes. La filière métamorphique présente donc un intérêt dans l'intégration des composants.

Une transposition de ce travail aux compositions d'indium de l'ordre de 52% pour InAlAs et au-delà (52% correspond à l'adaptation en paramètre de maille de ce ternaire sur InP) est tout à fait réalisable. Elle fait l'objet d'un travail de thèse en cours à l'IEMN (Thèse de E. Lefebvre)

ANNEXES

Annexe I :

***Evénements de relaxation observés dans les plateaux
épitaxiés à 500°C***

Evénements de relaxation observés dans les plateaux métamorphiques épitaxiés à 500°C.

Dissociation de dislocations dans les échantillons en tension

-Dissociation en surface du segment vis émergent d'une demi-boucle de dissociation et glissement dévié sous l'action du champ de contrainte induit par une dislocation de ligne perpendiculaire située à une profondeur plus grande (critère de Freund).

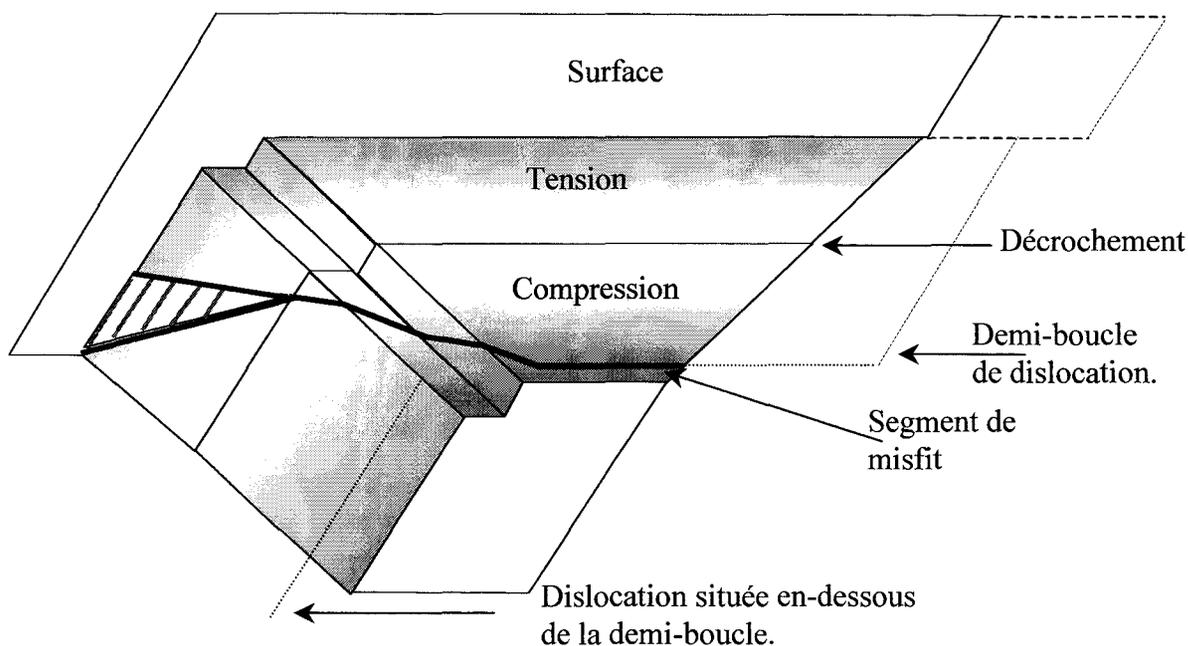
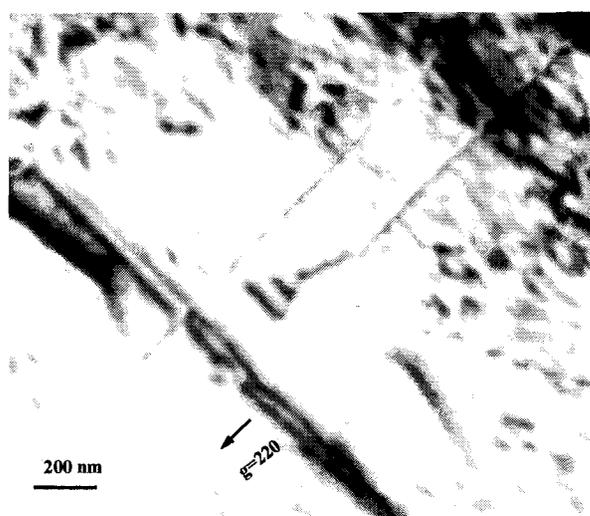


Fig A1-1 : dissociation en surface d'un segment vis émergent et schéma.

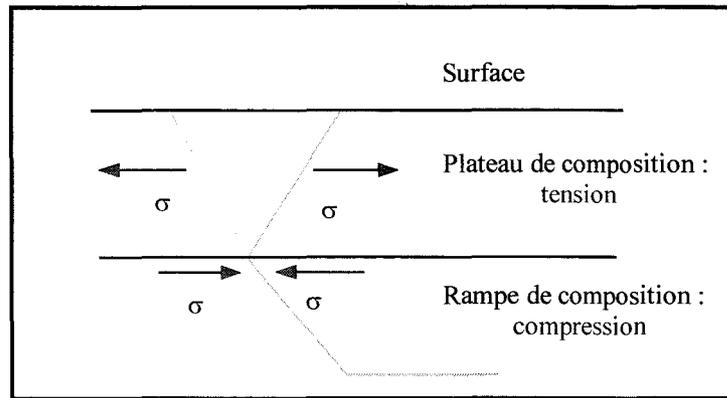


Fig. A1-2 : Représentation schématique de l'inversion du signe de la contrainte et de son effet sur la dislocation.

-Dissociation de dislocations coins glissiles émergentes provenant d'interactions entre deux dislocations de type 60° coplanaires [Putero1999] (Figures A1-3 et A1-4)

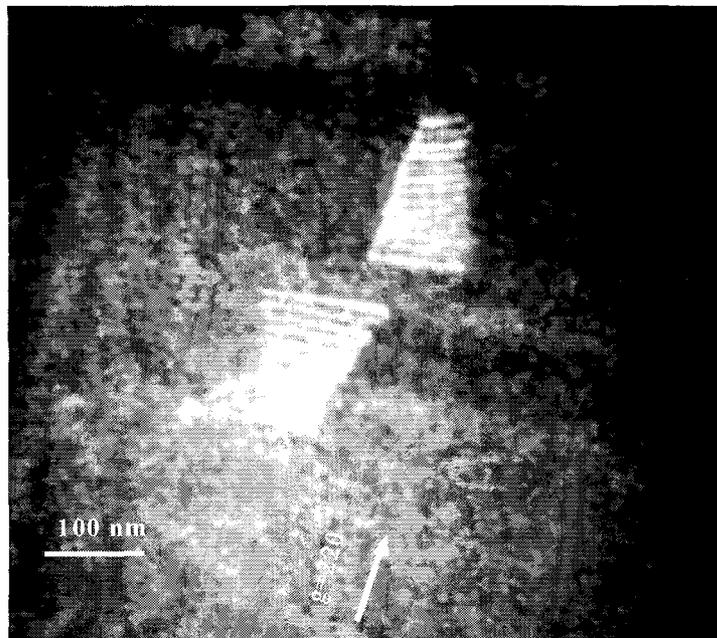


Fig. A1-3 : Image MET en faisceau faible : faute d'empilement résultant de la dissociation de dislocations coins glissiles (échantillon n59).

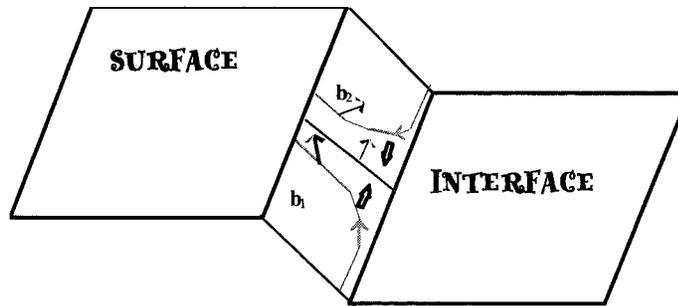


Fig. A1-4: Schéma représentant l'interaction entre deux dislocations coplanaires générant une dislocation de type coin avec son vecteur de Burgers dans son plan de glissement.

Déformation élastique en surface

- Défauts allongés suivant la direction $[1-10]$ augmentant la relaxation totale mesurée dans la direction $[110]$ (figure A1-5).

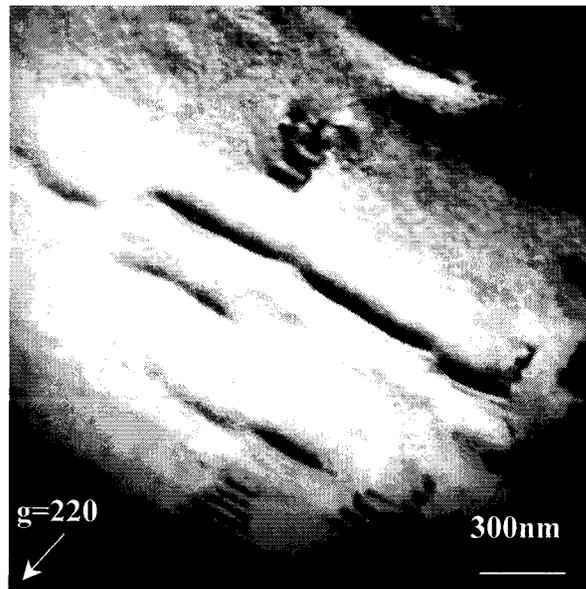


Fig. A1-5 : Image MET en champ noir (220) montrant la déformation élastique (échantillon n59).

- La déformation élastique s'étend profondément dans le plateau (plus de 100nm au-dessous de la surface). On peut observer sur la figure A1-6 la zone de contraste due à cette déformation élastique à l'aplomb d'un défaut en surface.

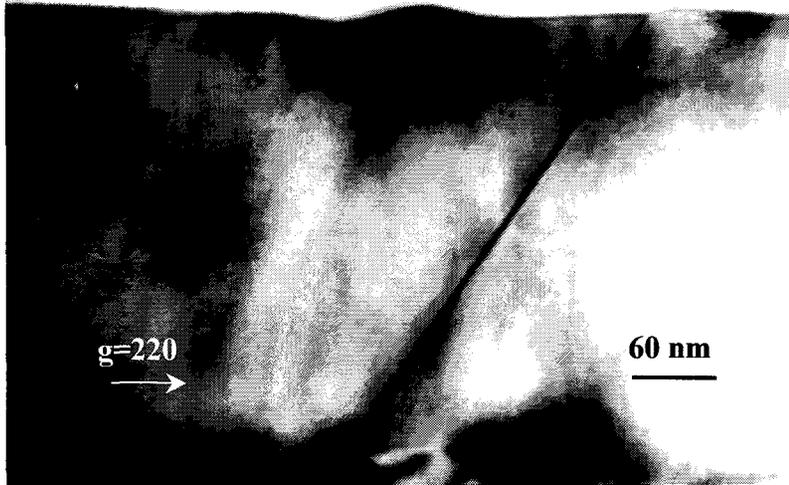


Fig. A1-6 : Image MET en champ clair (220) montrant la déformation élastique (échantillon n59). Une faute d'empilement debout traversant le plateau est visible

Défauts « losange »

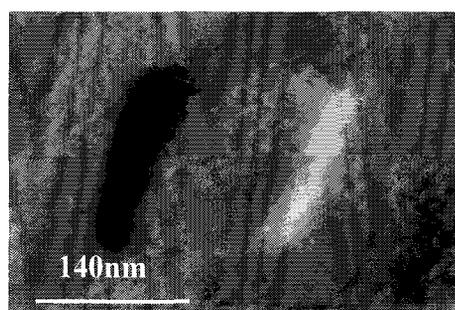
-Ces défauts ont déjà été observés par O. Marty [Marty1998]¹ dans le cas de couches InAlAs en accord de paramètres de maille sur InP. Ces auteurs ont interprété ces défauts comme étant la signature de parois d'antiphase. Cependant, la température de croissance pour laquelle ces défauts apparaissent est nettement supérieure à la température de croissance de nos échantillons (560°C contre 500°C). Ces défauts sont ici quelque peu masqués par la grande rugosité de surface. Si l'origine de ces défauts reste incertaine, ils semblent cependant être liés à des précipités à l'interface [Marty1998]. Le fait que la décomposition de l'alliage puisse être fortement favorisée par une rugosité de surface même à 500°C [Priester2000]², suggère d'attribuer l'observation de défauts « losange » à cette température à la morphologie de surface de la rampe sur laquelle est épitaxié le plateau. On observe ces défauts par MET dans l'échantillon n62, dont le plateau est resté contraint en compression et dont la morphologie de surface présente de nombreux défauts élastiques.

¹ [Marty1998] : O. Marty, Thèse de l' Université Claude Bernard Lyon I

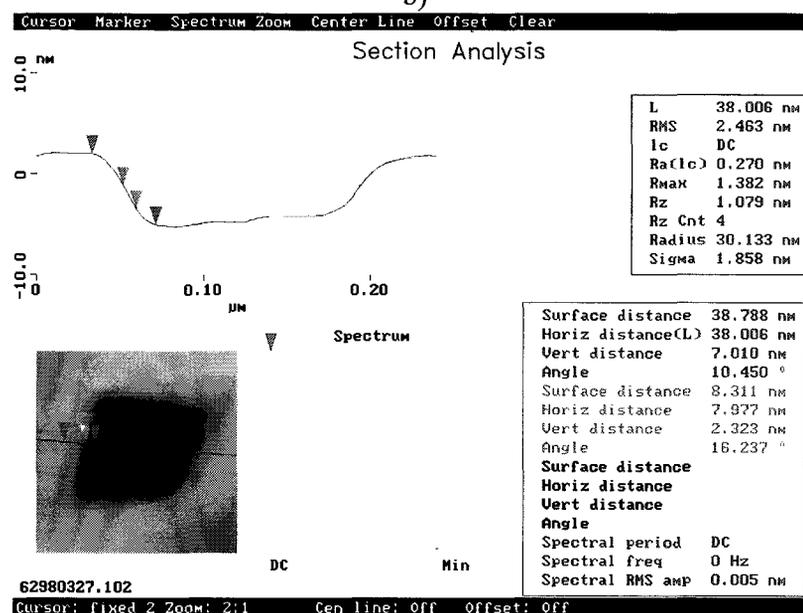
² [Priester2000] : C. Priester et G. Grenet, Phys. Rev. B **61**(23), p. 16029 (2000)



a)



b)



c)

Fig. A1-6 : a) Image MET en champ clair (220) d'un défaut « losange » (échantillon n62).
b) Image AFM en amplitude. c) Profil AFM.

Annexe II :

Changement de direction de tilt sur la plaque

Changement de signe du tilt en fonction de la position sur la plaque.

Dans cette annexe, nous montrons des cartographies d'un HEMT à 42%, non présenté au cours de ce travail. La couche tampon est une rampe linéaire de $1,23\mu\text{m}$ de composition en indium variant de 0 à 49%. Le gradient résultant est alors de $40\%/ \mu\text{m}$, gradient qui est apparu critique au cours des chapitres III et IV.

Pour cette valeur de gradient, le signe du tilt par rapport au substrat est difficile à prévoir. Les cinq cartographies obtenues pour cet échantillon sont reproduites sur la figure A2-1. Entre chaque cartographie, nous avons déplacé l'échantillon suivant les axes X et Y, le faisceau incident étant parallèle à l'axe X, c'est-à-dire à $[110]$ dans cette configuration (cf. Chapitre II). Les positions de mesure sont schématisées sur le dessin du quart de plaque, la position (0,0) étant prise comme référence. Les écarts par rapport à cette position sont donnés en millimètres.

On observe que les variations sont vraiment sensibles lorsqu'on se déplace suivant la direction $[110]$, alors que dans la direction $[\bar{1}\bar{1}0]$ le tilt reste relativement constant sur une même ligne. Si l'on considère que ce tilt provient d'un déséquilibre entre les deux familles de dislocations α lié à des différences de barrières d'activation de nucléation ou de glissement, cette figure indique que des éléments alignés suivant $[110]$ perturbent le glissement ou la nucléation des dislocations α .

Natali *et al.* [Natali2000]¹ ont développé une théorie basée sur le glissement des dislocations afin d'expliquer ces changements de signe du tilt en fonction de la position. Les auteurs de ce modèle se sont appuyés essentiellement sur les effets de bords (forces image des dislocations par exemple) pour interpréter ces effets car leurs échantillons étaient épitaxiés sur de petites surfaces ($1,5\text{cm}^2$). Les conditions de croissance sont alors difficilement compatibles avec une homogénéité de la couche. Dans notre cas, cela ne peut pas s'appliquer. Le faciès de ces profils démontrent très clairement une relaxation très hétérogène dans la plaque, liée soit à des fluctuations latérales de composition pendant la croissance, soit plus vraisemblablement à une distribution hétérogène des défauts et de la mosaïcité introduite par les systèmes de glissement sécants. Il est intéressant de constater que cette hétérogénéité apparaît très tôt dans la rampe, c'est-à-dire dès le début de l'instauration d'un régime de relaxation contrôlé par les dislocations (nucléation ou multiplication).

¹ [Natali2000] : M. Natali *et al.*, Phys. Rev. B **62**(16), p.11054 (2000)

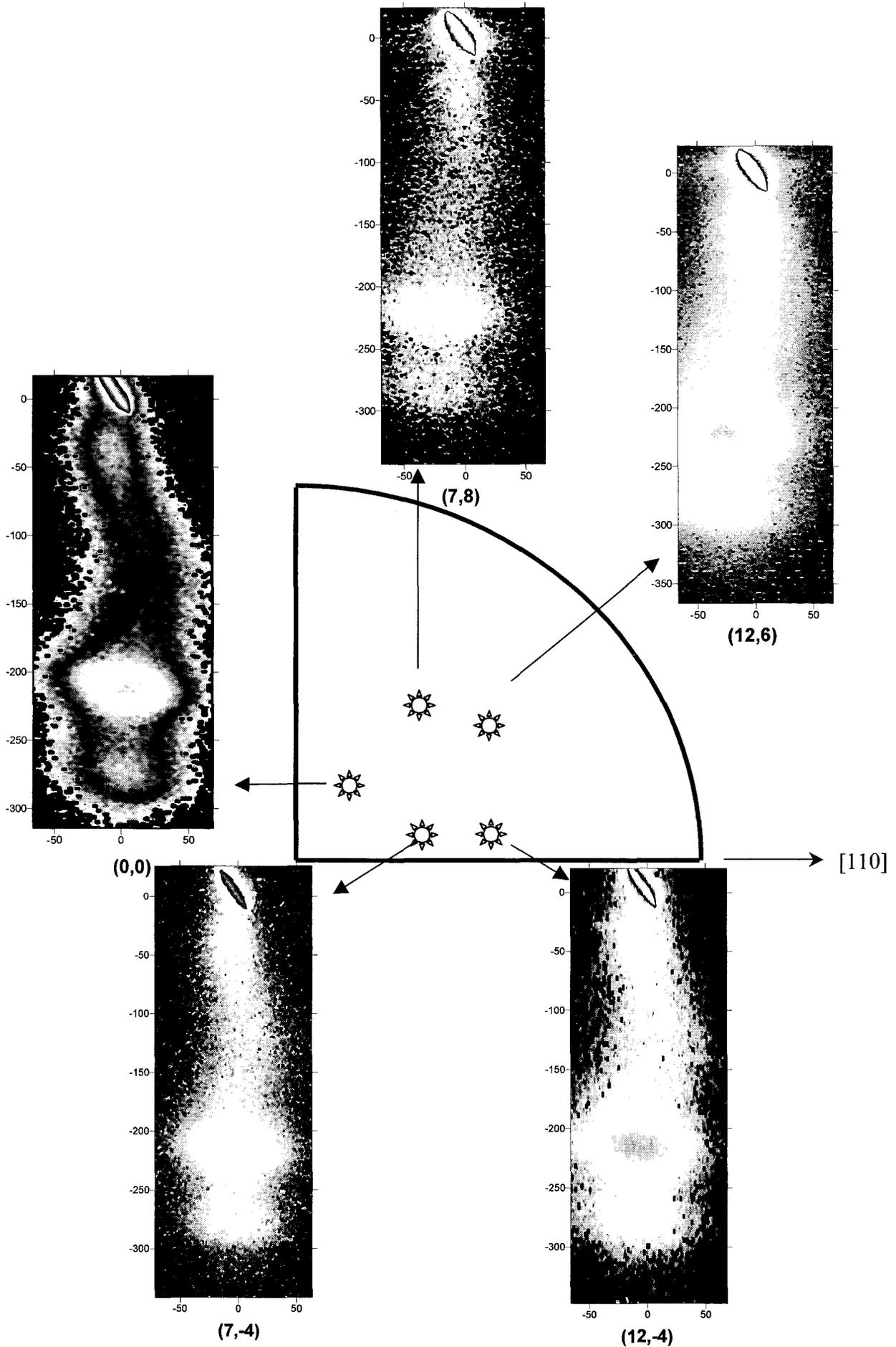


Fig. A2-1 : Evolution du tilt en fonction de la position sur la plaque

Annexe III :

Intensité diffractée en champ noir (002).

Microscopie Electronique en Transmission et imagerie conventionnelle en deux ondes : intensité du faisceau {002}.

Au cours du chapitre IV, nous avons abordé la mesure de composition dans le canal du HEMT à l'aide de rapports d'intensités mesurés sur des images en champ noir (002). Nous décrivons ici cette technique.

En Microscopie électronique en transmission conventionnelle, l'échantillon peut être orienté de telle sorte qu'une seule famille de plans soit en position de diffraction. Il s'agit du mode « deux ondes » : l'onde transmise et l'onde diffractée. L'image est alors obtenue en utilisant un diaphragme dans le plan focal objectif qui permet de sélectionner uniquement le faisceau transmis (champ clair) ou le faisceau diffracté (champ noir).

En théorie cinématique de diffraction électronique, les images en champ noir et en champ clair sont complémentaires. L'intensité diffractée est donnée par :

$$I_d = I_0 \cdot \left(\frac{\pi}{\xi_g} \right)^2 \cdot \frac{\sin^2 \left(\pi \cdot t \cdot \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2} \right)}{\left(\pi \cdot \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2} \right)^2} \quad \text{Equation A3-1}$$

avec : - t l'épaisseur de la lame

- s l'écart à la position de Bragg

- ξ_g la distance d'extinction de la famille de plans diffractants dont nous donnons

l'expression ci-dessous.

$$\xi_g = \frac{\pi \cdot V_m \cdot \cos \theta_g}{\lambda \cdot F_g} \quad \text{Equation A3-2}$$

où : - V_m est le volume de la maille élémentaire

- θ_g est l'angle de Bragg de la famille de plans considérée

- λ est la longueur d'onde

- F_g est le facteur de structure.

De plus, si un cristal contient plus d'un atome par maille, certaines ondes diffractées peuvent s'éteindre même si le faisceau incident satisfait à la condition de Bragg. L'agencement et la nature des atomes qui composent la maille élémentaire influencent l'amplitude et donc l'intensité de l'onde diffractée. Le coefficient F_{hkl} , appelé facteur de

ANNEXE 3 : Intensité diffractée en champ noir (002).

structure, permet de déterminer l'amplitude de l'onde diffractée par rapport à l'onde incidente.

$$F_{hkl} = \sum_n f_n \cdot \exp [2\pi i (hx+ky+lz)] \exp (-M_n) \quad \text{Equation A3-3}$$

- avec :
- h, k et l les indices du plan diffractant considéré,
 - x, y, z les coordonnées des atomes dans la maille
 - f_n le facteur de diffusion atomique de l'atome considéré
 - $\exp (-M_n)$ le facteur de Debye-Waller de l'atome n

Dans le cas de la structure cubique faces centrées (CFC), les indices des plans doivent être de même parité que ceux qui diffractent. Dans le cas de la structure diamant, la translation $\frac{1}{4}[111]$ des deux sous-réseaux CFC modifie le facteur de structure du coefficient $[1+\exp(i2\pi((h+k+l)/4))]$. De nouvelles extinctions apparaissent : elles correspondent aux plans dont les indices vérifient $h+k+l=2+4n$ (n entier). Ces plans diffractent en opposition de phase. Dans cette structure, les réflexions (200) sont éteintes. La structure sphalérite quant à elle présente deux sous-réseaux décalés de $\frac{1}{4}[111]$ l'un par rapport à l'autre mais avec des atomes différents. Les plans {002} vont donc diffracter en opposition de phase mais avec des amplitudes inégales puisque les facteurs de diffusion atomique diffèrent. C'est cette différence qui permet de remonter à la composition chimique.

Dans ce qui suit, nous calculons l'évolution de l'intensité diffractée par les plans (002) lorsque la composition chimique des couches $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$ et $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ varie. La variation de l'intensité diffractée peut avoir deux origines :

- une modification de la valeur de la distance d'extinction à cause d'une variation locale de composition (variation du facteur de structure).
- une déformation locale des plans diffractants modifiant l'écart s à la condition de Bragg (équation A3-1).

L'intensité diffractée par les plans {002} est sensible à la première origine.

En se plaçant dans les conditions exactes de Bragg, c'est-à-dire au voisinage de $s=0$, l'intensité diffractée donnée par l'équation A3-1 devient :

$$I_d = I_0 \cdot \left(\frac{\pi t}{\xi \zeta_g} \right)^2 \quad \text{Equation A3-3}$$

ANNEXE 3 : Intensité diffractée en champ noir (002).

Cette équation fournit une limite supplémentaire de validité de cette technique. Les conditions cinématiques sont applicables au voisinage de $s=0$ à condition d'utiliser des épaisseurs faibles ($t \ll \zeta_g/3$)

Cette condition étant respectée, pour la réflexion (002), l'intensité diffractée est donnée par :

$$I_{002} = (I_0 t^2) \cdot \frac{\lambda^2 F_{002}^2}{V_m^2 \cos^2 \theta_{002}} \quad \text{Equation A3-4}$$

Le paramètre de maille du matériau $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$ non contraint est donné par la loi de Végard en fonction de la composition en indium et des paramètres de maille a_{InAs} et a_{GaAs} de InAs et GaAs respectivement :

$$a = x \cdot (a_{\text{InAs}} - a_{\text{AlAs}}) + a_{\text{AlAs}} \quad \text{Equation A3-5}$$

Le facteur de structure F_{002} dépend de la composition par

$$F_{002} = 4 [x (f_{\text{In}} - f_{\text{Al}}) + f_{\text{Al}} - f_{\text{As}}] \quad \text{Equation A3-6}$$

Les facteurs de diffusion atomique sont extraits des tables de Doyle et Turner [Doyle1968]¹. Ils sont ensuite pondérés par les facteurs de Debye-Waller tirés des calculs de Reid [Reid1983]² et corrigés par le facteur relativiste ($m/m_0=1,587$ pour des électrons accélérés sous une tension de 300kV).

En pratique, il est impossible de mesurer l'intensité de manière absolue puisque cela nécessite la connaissance de l'intensité incidente. Pour pallier cette difficulté, il suffit de prendre une référence comme par exemple le substrat GaAs dont l'intensité diffractée théorique est connue. Les intensités diffractées des alliages sont alors exprimées de façon relative, la normalisation étant effectuée par rapport au GaAs. La figure A3-1 représente les évolutions des intensités relatives de diffraction I_{002} normalisées pour les alliages $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$ et $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}$ en fonction de la composition relative en indium.

Cette méthode est particulièrement bien adaptée lorsque l'on cherche la composition d'un puits enterré dans une matrice GaAs [Androussi2000]³ car, dans ce cas, l'alliage de composition inconnue se situe à côté de la référence. Elle montre ses limites lorsque l'on veut déterminer des compositions de couches actives loin de la référence. En effet, s'il existe un buffer épais entre ces couches et le substrat (cas de nos échantillons), il est impossible d'obtenir exactement les mêmes conditions de diffraction et d'épaisseur en cross section pour le substrat et pour les couches actives. La connaissance des compositions passe alors par la

¹ [Doyle1968] : P.A. Doyle et P.S. Turner, Acta Cryst. A **24**, p. 390 (1968)

² [Reid1963] : J. S. Reid, Acta Cryst. A **39**, p. 1 (1983)

³ [Androussi2001] : Y. Androussi, D. Ferré et A. Lefebvre, App. Surf. Sci. **177**(4), p. 258 (2001)

ANNEXE 3 : Intensité diffractée en champ noir (002).

mesure du rapport des intensités $I(\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As})/I(\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As})$, ces deux couches étant épitaxiées l'une sur l'autre.

On peut alors donner deux hypothèses :

- $x = y$: la composition est donnée directement par le rapport des intensités.
- $x \neq y$: une technique expérimentale est alors nécessaire pour lever l'ambiguïté.

La figure A3-2 représente le rapport entre les intensités calculées pour l' InAlAs et pour l' InGaAs .

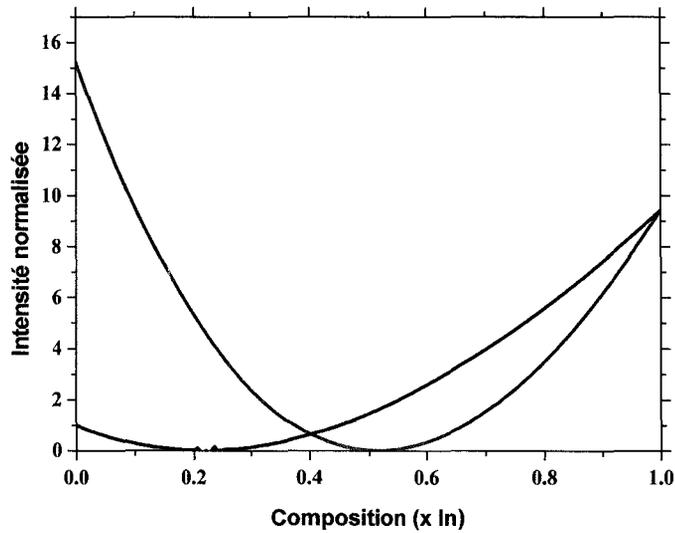


Fig. A3-1 : Evolution des intensités relatives de diffraction $I_{200}/I_{200}(\text{GaAs})$ pour les alliages $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ et $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}$ en fonction de la composition relative x en indium.

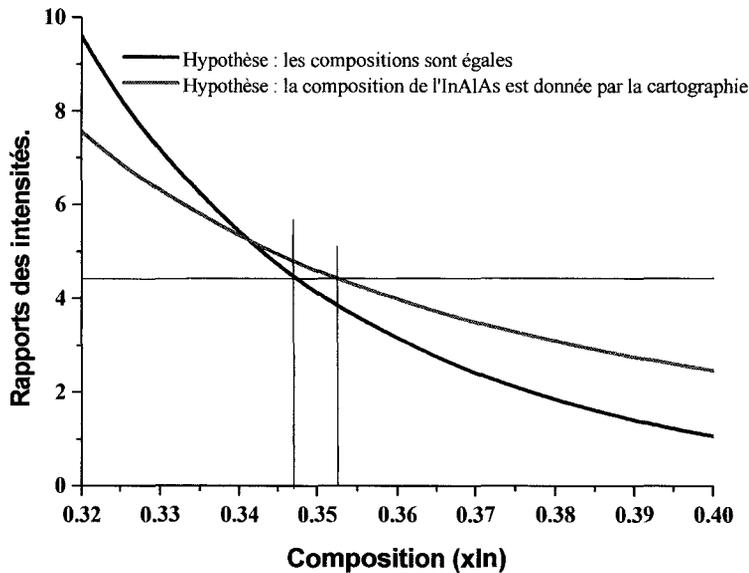


Fig. A3-2 : Evolution des rapports des intensités $I(\text{InAlAs})/I(\text{InGaAs})$ en fonction de la fraction molaire d'indium suivant les deux hypothèses sur la composition de l'alliage InAlAs (égale à celle de l'alliage InGaAs ou conforme à celle mesurée par cartographie de l'espace réciproque).

