



HAL
open science

Intégration monolithique sur silicium d'émetteurs de lumière à base de GaAs par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques sur pseudo-substrat de Ge/Si

Yves Chriqui

► **To cite this version:**

Yves Chriqui. Intégration monolithique sur silicium d'émetteurs de lumière à base de GaAs par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques sur pseudo-substrat de Ge/Si. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2004. Français. NNT : . tel-00008758

HAL Id: tel-00008758

<https://theses.hal.science/tel-00008758>

Submitted on 11 Mar 2005

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Thèse de Doctorat de l'Université Paris VI

Spécialité Physique et Chimie des Matériaux

Présentée par

Yves Chriqui

pour obtenir le grade de Docteur de l'Université Paris VI

Sujet de la thèse :

**Intégration monolithique sur silicium
d'émetteurs de lumière
à base de GaAs
par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques
sur pseudo-substrat de Ge/Si**

soutenue le 16 décembre 2004
devant le jury composé de

M Philippe Boucaud Rapporteur
M Georges Brémond Rapporteur
M Yves Guldner
M Daniel Bensahel
M Bernard Etienne
Mme Isabelle Sagnes

*Quelle est la différence entre ton chef et toi ?
Lui, il a le poste.*

Tristan Lucas

Ca ne sera vraiment fini qu'à la fin.

José Da Cunha Coelho

Remerciements

Cette thèse s'est déroulée au Laboratoire de Photonique et de Nanostructures (LPN), à Marcoussis. Je tiens à remercier le directeur Jean-Yves Marzin de m'avoir accueilli dans son laboratoire. Mes remerciements vont à messieurs Philippe Boucaud et Georges Brémond qui ont accepté la tâche de rapporteur, et à messieurs Yves Guldner et Daniel Bensahel pour avoir accepté de faire partie du jury.

Je remercie aussi Bernard Etienne d'avoir accepté d'être mon directeur de thèse/correspondant universitaire. Isabelle Sagnes a accepté d'être ma directrice de thèse au LPN, et de superviser mon travail. Je tiens à mettre en avant son sens critique et son recul. De plus, malgré ses nombreuses responsabilités, elle n'a pas hésité à prêter main forte aux autres doctorants du laboratoire. Travailler sous sa direction a été, pour moi, plus que formateur.

Guillaume Saint-Girons, ex-doctorant et nouveau chargé de recherche, a suivi de près mon travail et a épitaxié avec Isabelle tous les échantillons de cette étude. Grâce à sa présence, son aide et ses conseils, il a permis de faire de cette thèse ce qu'elle est aujourd'hui. Un grand merci !

Mes plus sincères remerciements vont à Ludovic Largeau, pour la diffraction des rayons X, et Gilles Patriarche pour la microscopie électronique en transmission. Leurs contributions et leur aide m'ont permis d'avancer dans la bonne direction.

Ma pensée va maintenant à mon collègue de bureau et « frère d'armes » doctorant, José Da Cunha Coelho qui m'a supporté pendant tout ce temps. Nos discussions étaient de véritables bouffées d'air frais. Je le remercie de plus pour ses conseils dans les choix qui s'offraient à moi. Merci José ! Il restera toujours une place dans ma crêperie-pizzeria si tu en as envie.

Je tiens aussi à remercier Sophie Bouchoule pour m'avoir guidé, entre autres, dans la technologie et le test des diodes à émission par la surface, et Jean-Marie Moison qui m'a initié à la microscopie à force atomique.

Tout ce travail de thèse n'aurait jamais abouti sans l'aide des personnes suivantes : Laetitia Leroy, Xavier Lafosse, Laurent Couraud, David Chouteau, Kamel Merghem, Cristelle Mériadec, Laurence Ferlazzo, Nathalie Bardou, Christophe Dupuis, Marie-Noëlle Mérat-Combes, Karine Meunier, et Olivia Mauguin. (Une liste peut paraître impersonnelle, mais je ne vous en remercie pas moins).

Mes remerciements vont maintenant à Elchuri Rao pour ses manipulations de réflectométrie à faible cohérence, à David Martrou pour l'essai d'étude de la surface par microscope

à effets tunnel, ainsi qu'à Vincent Berger pour ses analyses de diffraction des rayons X pour l'étude de l'incorporation d'indium dans les puits quantiques lors de son stage de DUT (bon courage pour la suite!).

Je tiens à saluer chaleureusement les personnes du groupe Elphyse (Frank Glas, Martin Strassner – troisième occupant du bureau –, Aristide Lemaître, Laurent Travers, Jean-Christophe Harmand) pour leur bonne humeur quotidienne.

Je tiens tout particulièrement à remercier une nouvelle fois José (bien sûr), Ludovic, Gilles, et Guillaume pour m'avoir, probablement sans s'en rendre compte, redonné courage dans les moments difficiles.

Je profite de ces quelques lignes pour m'excuser (encore) auprès de Suzanne Laval et la remercier pour son aide.

Je tiens à saluer les acteurs du projet ECOPRO SiGe, et notamment Olivier Kermarrec, Yves Campidelli, Daniel Bensahel, Giovanni Isella, et Hans van Kaenel. Je remercie aussi au passage Armando Rastelli pour sa gentillesse.

Au cours de ces trois années, j'ai eu l'occasion d'effectuer des vacances. Toute ma gratitude et ma reconnaissance vont à Mireille Gadenne, et Frédérique Astier qui m'ont donné leur confiance pour ces enseignements. Merci beaucoup pour cette expérience! Je tiens de plus à remercier Frédérique pour ses cours qui ont été pour moi d'une aide précieuse, et qui m'ont permis d'aller si loin.

Et bien sûr, les remerciements seraient incomplets sans Déborah et Fabrice, ma mère, mon père et Marie-Ange, ainsi que les copains (encore une liste, désolé...): le (futur) docteur Samuel Harrison, Pierre-Yves, Cécile, Miguel, Yohann, Philippe, Guilhem, Mathieu, Maxime, Marco, et les autres!

Enfin, sans le soutien quotidien de mon Amoureuse, rien n'aurait pu se faire. **Merci beaucoup!**

Table des matières

Introduction	1
Bibliographie	5
1 Intégration de GaAs sur Si	7
1.1 Intérêt de l'intégration de GaAs sur Si	7
1.1.1 Interconnexions optiques	8
1.1.2 Substrat bas coût pour les cellules solaires	10
1.1.3 Evacuation de la chaleur	10
1.2 Difficultés de l'épitaxie de GaAs sur Si	11
1.2.1 Paramètre de maille	11
1.2.2 Coefficient de dilatation thermique	16
1.2.3 Parois d'inversion	18
1.3 Etat de l'art de l'intégration de GaAs sur Si	30
1.3.1 GaAs reporté sur Si	30
1.3.2 GaAs épitaxié sur Si	31
1.4 Les pseudo-substrats de Ge/Si	32
1.4.1 Pseudo-substrat de Ge/Si (001) non désorienté	33
1.4.2 Pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si (001) désorienté	36
1.4.3 Observation des parois d'inversion dans le GaAs sur PS de Ge/Si	39
1.5 Conclusion	47
Bibliographie	49
2 Epitaxie de GaAs sur PS de Ge/Si (001)	55
2.1 Intérêt de l'épitaxie par couche atomique	55
2.1.1 Croissance par EPVOM	56
2.1.2 Méthode conventionnelle à haute température	58
2.1.3 Méthode conventionnelle à basse température	61
2.1.4 Epitaxie par couche atomique (ALE)	62
2.1.5 Conclusion sur l'introduction de l'épitaxie par couche atomique	69
2.2 Etude des paramètres de l'ALE	69
2.2.1 Description des paramètres	69
2.2.2 Nombre de cycles pendant l'ALE :	
Effets sur les dislocations émergentes et les parois d'inversion	71

2.2.3	Température de l'ALE :	
	Effets sur la rugosité et les parois d'inversion	75
2.2.4	Flux de TMGa pendant l'ALE :	
	Effet sur la rugosité et les parois d'inversion	81
2.2.5	Temps de TMGa pendant l'ALE : effet sur la rugosité	83
2.2.6	Epaisseur de GaAs BT après l'ALE : effet sur les parois d'inversion .	85
2.2.7	Conclusion sur l'étude des paramètres de l'ALE	92
2.3	Conclusion	92
	Bibliographie	95
3	Structures à puits quantiques et à boîtes quantiques	97
3.1	Rappels sur les puits quantiques et les boîtes quantiques	97
3.2	Puits quantiques d'InGaAs/GaAs	100
3.2.1	Description des substrats	101
3.2.2	Spectres de photoluminescence	102
	Décalage du pic d'InGaAs : incorporation de l'indium	106
	Décalage du pic du GaAs : tension de la couche de GaAs	109
3.2.3	Conclusion sur les structures à puits quantiques	112
3.3	Boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs	112
3.3.1	Les différents modes de croissance	113
3.3.2	Séquence de croissance pour les boîtes quantiques étudiées	114
3.3.3	Spectres de photoluminescence	117
3.4	Influence des parois sur les propriétés optiques des structures	121
3.4.1	Photoluminescence en fonction de la température d'un PQ	121
3.4.2	Photoluminescence en fonction de la température de BQ	123
3.4.3	Modélisation de la dynamique des porteurs dans les BQ	126
3.5	Conclusion	136
	Bibliographie	139
4	Dispositifs intégrés monolithiquement sur silicium	141
4.1	Diode laser à émission par la tranche (zone active : puits quantique)	141
4.1.1	Principe	142
4.1.2	Description de la structure et étapes technologiques	146
4.1.3	Electroluminescence et effet laser	150
4.1.4	Fissures	158
4.1.5	Conclusion sur les dispositifs à base de puits quantiques	170
4.2	Diode à émission par la surface (zone active : boîtes quantiques)	171
4.2.1	Principe de fonctionnement	172
4.2.2	Description de la structure et étapes technologiques	174
4.2.3	Etude des propriétés électriques et optiques de la diode	178
4.2.4	Conclusion sur les dispositifs à base de boîtes quantiques	184
4.3	Conclusion	184

Bibliographie	187
Conclusion	191
Perspectives	193
A Microscope à force atomique	195
B Microscope électronique à balayage	199
C Diffraction des rayons X	203
D Réflectométrie in situ	209
E Photoluminescence	213
F Réflectométrie à faible cohérence	217
G Liste des échantillons	221
H Publications	223

Introduction

Depuis la réalisation, à la fin des années 1950, des premiers circuits intégrés bipolaires, la technologie silicium n'a cessé d'aller plus loin dans la miniaturisation des composants microélectroniques afin d'améliorer les performances des circuits et d'en réduire les coûts de fabrication. Au début des années 1970, un microprocesseur comptait quelques milliers de transistors pour une surface de 10 mm^2 (*Large Integration Scale LSI*). Au début des années 2000, le nombre de transistors est passé à 5 millions pour la même surface (*Ultra Large Scale Integration ULSI*) [1,2]. Des prévisions d'Intel annoncent un chiffre de 1 milliard de transistors par puce ($18 \times 18 \text{ mm}^2$) pour 2007, soit 30 millions de transistors pour 10 mm^2 .

Malgré cette diminution de la taille des composants, la vitesse de fonctionnement des circuits ne va pas continuer d'augmenter, du fait du temps de transit de l'information dans les interconnexions métalliques qui relient les différents composants entre eux [3]. En effet, ce temps devient plus grand que le temps de commutation des transistors, et est ainsi le facteur limitant des circuits microélectroniques.

Les besoins croissants en débit d'information vont inciter à remplacer les interconnexions métalliques par des interconnexions optiques, dans lesquelles l'information est transportée par la lumière, et où les temps de transit du signal sont moins rédhibitoires. Cependant, le silicium est un matériau semiconducteur à bande interdite (*gap*) indirecte, ce qui le rend impropre à la réalisation d'émetteurs de lumière efficaces ¹. Il faut ainsi trouver des solutions permettant à moindre coût de réaliser des émetteurs de lumière sur silicium.

Les matériaux couramment utilisés dans l'optoélectronique font partie de la famille des semiconducteurs III-V. Les semiconducteurs III-V, comme l'arséniure de gallium GaAs, sont des alliages formés à partir des éléments appartenant aux colonnes III et V du tableau périodique de Mendeleiev. Le GaAs présente une bande interdite directe, ce qui lui confère un rendement d'émission de lumière important par pompage optique ou électrique. La filière GaAs en optoélectronique a atteint un haut degré de maturité. Le premier laser à semiconducteur, laser à homojonction, a été développé en 1962 par quatre groupes nord-américains (General Electric, MIT, IBM, et l'Université de l'Illinois). Dans les années

¹Il est toutefois possible d'émettre de la lumière sur silicium en implantant des ions de terres rares, comme l'erbium, dans de l'oxyde de silicium [4,5]. Cependant, cette solution ne permet pas d'intégrer les diverses sortes de composants de l'optoélectronique. C'est pourquoi nous n'en parlerons pas plus dans ce manuscrit.

1980, les lasers à base de GaAs sont devenus des éléments essentiels pour les communications optiques, les lecteurs CD et bien d'autres systèmes optoélectroniques. Depuis 1962, les performances des lasers ont été améliorées, notamment avec l'introduction de la double hétérojonction AlGaAs/GaAs dans la première moitié des années 1970. Aujourd'hui les dispositifs émettent par la tranche (laser ruban) ou par la surface (*Vertical Cavity Surface Emitting Laser* VCSEL) dans de larges gammes spectrales (680 nm à 1300 nm) [6].

Depuis une vingtaine d'années, de nombreux groupes ont essayé de relier les mondes de la microélectronique et de l'optoélectronique par l'intégration monolithique de GaAs sur silicium. En 1983, Shinoda [8] fut l'un des premiers à réaliser une diode électroluminescente à base de GaAs sur substrat de silicium. La structure était constituée d'une jonction p-n de GaAs épitaxiée sur silicium par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM) via une couche tampon de Ge polycristallin. Dès l'année suivante [9], l'effet laser fut obtenu avec une structure à base de puits quantique d' $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{As}/\text{Al}_{0,32}\text{Ga}_{0,68}\text{As}$ épitaxiée par épitaxie par jets moléculaires (EJM) sur un substrat de silicium (001) désorienté de 2° vers la direction $\langle 011 \rangle$. Par la suite, de nombreux travaux ont permis d'améliorer les performances des lasers, en s'efforçant notamment de réduire les effets de la forte densité de dislocations sur le matériau actif [10–16].

Toutes les tentatives, à l'exception de celle de Shinoda, ont été réalisées sur substrats de silicium désorientés. Cette désorientation permet d'éviter l'apparition d'un type de défaut (les parois d'inversion) dont nous discuterons longuement dans la suite, inhérent à l'épitaxie d'un matériau polaire (GaAs) sur un matériau non polaire (silicium), et qui réduit dramatiquement la qualité optique et électrique du GaAs. Cependant, pour pouvoir utiliser ces sources laser pour les interconnexions optiques, il faut utiliser un substrat de silicium exactement orienté selon le plan (001). En effet, les substrats utilisés dans la microélectronique sont orientés (001). C'est pourquoi, les structures présentées dans ce bref historique ne permettent pas directement une intégration monolithique de diodes lasers sur les substrats de la microélectronique.

C'est le défi que nous nous sommes proposé de relever : obtenir du GaAs sur Si exactement orienté (001) avec des propriétés aussi proches que possible de celles du GaAs épitaxié sur substrat de GaAs, dans le but de réaliser des sources de lumière (diodes électroluminescentes et lasers). Pour cela, nous avons utilisé un substrat constitué d'une couche tampon de Ge monocristallin sur substrat de silicium (001), qui sera appelé dans la suite du manuscrit pseudo-substrat (PS) de Ge/Si (001).

Dans le chapitre 1, nous montrerons l'intérêt de l'intégration de GaAs sur silicium, en détaillant notamment les limitations des interconnexions métalliques. Nous décrirons ensuite les difficultés liées à l'épitaxie du GaAs sur silicium, et les différentes voies pour pallier ces difficultés. Nous aborderons les problèmes de désaccord de paramètres de maille entre l'arséniure de gallium et le silicium, la différence entre leurs coefficients de dilatation thermique, ainsi que le problème des parois d'inversion inévitable sur les substrats orientés (001). Après une revue de l'état de l'art de l'intégration de GaAs sur silicium, où nous

ferons une comparaison des méthodes de report et d'épitaxie de GaAs sur Si, nous décrirons les pseudo-substrats de Ge/Si que nous avons utilisés.

La croissance de GaAs sur les pseudo-substrats de Ge/Si (001) sera traitée au chapitre 2. L'introduction d'une méthode originale de croissance, l'épitaxie par couche atomique, sera abordée, afin de supprimer les défauts causés par l'utilisation de l'épitaxie conventionnelle par EPVOM. Par une optimisation des paramètres de l'épitaxie par couche atomique, nous nous efforcerons d'extraire des conditions conduisant à un matériau épitaxié présentant de bonnes qualités morphologiques et optiques.

Dans le chapitre 3, nous étudierons les propriétés de photoluminescence de puits quantiques d'InGaAs/GaAs et de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs épitaxiés sur Ge/Si (001). Nous essaierons de mettre en évidence l'influence des parois d'inversion sur les propriétés de photoluminescence des structures sur pseudo-substrats.

Le chapitre 4 sera dédié aux dispositifs (diodes électroluminescentes, diodes à cavité résonnante, diodes laser) à base de puits quantiques et boîtes quantiques. Nous verrons l'influence des fissures sur les performances des dispositifs, et proposerons un moyen de s'en affranchir afin d'améliorer les caractéristiques des diodes.

Bibliographie

- [1] A. Vapaille, R. Castagné
Dispositifs et circuits intégrés semiconducteurs, *Physique et technologie*
Dunod, (1987)
- [2] O. Bonnaud
Module pédagogique d'initiation à la microélectronique
<http://www.microelectronique.univ-rennes1.fr/index21.html>
- [3] International Technology Roadmap for Semiconductors
(2003)
- [4] D. Pacifici, G. Franzo, S. Boninelli, M. Miritello, A. Irrera, F. Iacona, F. Priolo
Rare earth doped Si nanostructures for microphotronics
Material Research Society Spring Meeting, San Francisco (2004)
- [5] Silicon based infrared LEDs challenge GaAs
Compound Semicon. p13 (Décembre 2002)
- [6] T.E. Sale
Vertical cavity surface emitting lasers
Research Studies Press Ltd, 1995
- [7] M.V. Maximov, N.N. Ledentsov, V.M. Ustinov, Z.I. Alferov, D. Bimberg
GaAs-based 1,3 μm InGaAs quantum dot lasers : a status report
J. Electron. Mat. **29** (5), p.476 (2000)
- [8] Y. Shinoda, T. Nishioka, Y. Ohmachi
GaAs light emitting diodes fabricated on SiO₂/Si wafers
Jap. J. Appl. Phys. **22** (7), pL450 (1983)
- [9] T. H. Windhorn, G. M. Metzger, B.-Y. Tsaur, J. C. C. Fan
AlGaAs double-heterostructure diode lasers fabricated on a monolithic GaAs/Si substrate
Appl. Phys. Lett. **45** (4), p309 (1984)
- [10] D. G. Deppe, N. Holonyak, D. W. Nam, K. C. Hsieh, G. S. Jackson, R. J. Matyl, H. Shichijo, J. E. Epler, H. F. Chung
Room-temperature continuous operation of p-n Al_xGa_{1-x}As-GaAs quantum well heterostructure laser grown on Si
Appl. Phys. Lett. **51** (9), p637 (1987)

-
- [11] M. Razeghi, M. Defour, F. Omnes, P. Maurel, J. Chazelas, F. Brillouet
First GaInAsP-InP double-heterostructure laser emitting at 1,27 μm on a silicon substrate
Appl. Phys. Lett. **53** (9), p725 (1988)
- [12] M. Razeghi, M. Defour, R. Blondeau, F. Omnes, P. Maurel, O. Archer, F. Brillouet, J. C. C. Fan, J. Salerno
First cw operation of a $\text{Ga}_{0,25}\text{In}_{0,75}\text{As}_{0,5}\text{P}_{0,5}/\text{InP}$ laser on a silicon substrate
Appl. Phys. Lett. **53** (24), p2389 (1988)
- [13] H. K. Choi, C. A. Wang, N. H. Karam
GaAs-based diode lasers on Si with increased lifetime obtained by using strained InGaAs active layer
Appl. Phys. Lett. **59** (21), p2634 (1991)
- [14] R. G. Waters, D. P. Bour, S. L. Yellen, N. F. Ruggieri
Inhibited dark-line defect formation in strained InGaAs/AlGaAs quantum well lasers
IEEE Photon. Techn. Lett. **2** (8), p531 (1990)
- [15] Y. Hasegawa, T. Egawa, T. Jimbo, M. Umeno
AlGaAs/GaAs light-emitting diode on a Si substrate with a self-formed GaAs islands active region grown by droplet epitaxy
Appl. Phys. Lett. **68** (4), p523 (1996)
- [16] K. K. Linder, J. Phillips, O. Qasaimeh, X. F. Liu, S. Krishna, P. Bhattacharya
Self-organized $\text{In}_{0,4}\text{Ga}_{0,6}\text{As}$ quantum-dot lasers grown on Si substrates
Appl. Phys. Lett. **74** (10), p1355 (1999)

Chapitre 1

Intégration de GaAs sur Si

L'intégration de GaAs sur silicium pourrait réaliser le lien entre les domaines de la micro- et de l'optoélectronique. Des émetteurs et des récepteurs de lumière intégrés sur Si avec leur électronique de commande sur le même substrat permettraient d'apporter au silicium de nouvelles fonctionnalités. Par exemple, le remplacement des interconnexions métalliques par des interconnexions optiques, où le signal généré par l'émetteur à base de GaAs transiterait dans des guides de SiO_2 et serait finalement détecté par un dispositif à base de GaAs, conduirait à une augmentation de la fréquence d'horloge des microprocesseurs, et ainsi à des débits d'informations plus élevés.

Dans ce chapitre, nous détaillerons l'intérêt de l'intégration du GaAs sur substrat de silicium, et notamment la limitation des interconnexions métalliques par rapport aux interconnexions optiques lorsque les dimensions des composants de la microélectronique diminuent. Ensuite, nous insisterons sur les difficultés de l'épitaxie de GaAs sur Si qui existent et qui restent encore aujourd'hui à surmonter. Finalement, après une revue bibliographique sur les avancées des travaux de recherche depuis 20 ans sur l'intégration de GaAs sur Si, dans laquelle nous comparons les méthodes de report et d'épitaxie, nous présenterons la voie choisie pour cette étude. Celle-ci consiste à utiliser des substrats de silicium sur lesquels est épitaxiée une couche tampon de germanium monocristallin pour l'intégration monolithique de GaAs sur silicium.

1.1 Intérêt de l'intégration de GaAs sur Si

Dans cette section, nous présentons quelques unes des applications possibles de l'intégration de GaAs sur substrat de silicium. Nous parlons de l'intérêt des émetteurs de lumière pour le remplacement des interconnexions métalliques par des interconnexions optiques, de l'utilisation du silicium comme substrat bas coût pour la fabrication de substrat de GaAs de plus grande dimension, ainsi que de l'intérêt du silicium pour la thermalisation de dispositifs de l'optoélectronique.

1.1.1 Interconnexions optiques

La miniaturisation des transistors dans les circuits intégrés permet l'augmentation du nombre de transistors par unité de surface, mais aussi l'augmentation de la vitesse de transport de l'information dans le circuit. En effet, la rapidité des transistors augmente quand leurs dimensions diminuent. Mais bien que le temps de réponse des transistors soit plus court, les circuits sont aujourd'hui limités en vitesse du fait des interconnexions métalliques.

Regardons l'effet de la réduction des dimensions sur la constante de temps $\tau = RC$ associée aux interconnexions.

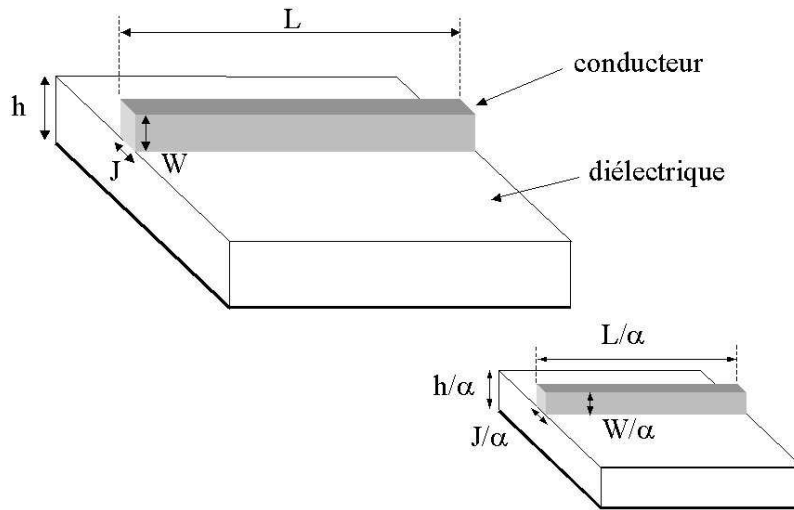


FIG. 1.1: Schématisation de la réduction des dimensions d'un facteur α d'une interconnexion [1].

Supposons que les dimensions soient divisées par un facteur α (figure 1.1). La constante de temps τ est définie par $\tau = RC$, où la résistance R et la capacité C de l'interconnexion sont données par :

$$R = \rho \frac{L}{JW}$$

et

$$C = \varepsilon_r \varepsilon_0 \frac{JL}{h}$$

où

L est la longueur de la connexion métallique

J est la largeur de la connexion

W est l'épaisseur de la connexion

h est l'épaisseur du diélectrique

ρ est la résistivité du conducteur

ε_r et ε_0 sont les permittivités relative et du vide

En tenant compte du facteur de réduction α , les nouvelles résistance et capacité sont :

$$R' = \alpha R$$

et

$$C' = \frac{C}{\alpha}$$

La nouvelle constante de temps τ' est la même qu'avant la réduction d'échelle.

A priori, la miniaturisation des composants n'augmente pas la constante de temps. Cependant, plus les dimensions des transistors diminuent, plus leur nombre est élevé pour une même surface. De ce fait, la longueur d'interconnexion n'est pas divisée par α , comme supposé précédemment, mais reste à peu près constante. La nouvelle constante de temps est alors $\tau' = \alpha^2\tau$. A cela s'ajoutent les termes capacitifs des impédances d'entrée des composants supplémentaires qui augmentent d'autant la capacité du circuit et la constante de temps [2, 3].

Le tableau 1.1 montre l'augmentation de la constante de temps associée aux interconnexions métalliques. Pour la génération de transistors à effet de champ (*Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor* MOSFET) avec une largeur de grille de 1 μm , le temps de commutation était de 20 ps pour une constante de temps de 1 ps. Les interconnexions, dans ce cas, ne limitent en rien la rapidité du circuit. Pour une génération ultérieure (largeur de grille de 100 nm), la constante de temps est 6 fois supérieure au temps de commutation du transistor. Cette fois, les interconnexions limitent la rapidité du circuit. Des estimations (largeur de grille de 35 nm) donnent une constante de temps 100 fois supérieure au temps de commutation du transistor.

Technologie	Temps de commutation pour un MOSFET (ps)	Constante de temps pour L = 1 mm (ps)
1 μm (Al)	20	1
100 nm (Cu)	5	30
35 nm (Cu)	2,5	250

TAB. 1.1: Comparaison du temps de commutation pour un MOSFET avec la constante de temps $\tau = RC$ due aux interconnexions métalliques, pour différentes générations [4]. La génération de la technologie est définie par la largeur de grille du MOSFET, ainsi que le métal utilisé pour les interconnexions métalliques.

Ainsi, à mesure que la complexité du circuit augmente, la constante de temps liée aux interconnexions augmente. Le temps pour que la ligne d'interconnexion se charge à un potentiel donné va être plus long, jusqu'à ce qu'en deux endroits du circuit, des points qui devaient être au même potentiel ne le soient plus en même temps.

Ce problème de délai est très important pour les circuits de la microélectronique. En effet, la synchronisation des composants s'effectue grâce à un signal de référence : le signal d'horloge. Si le signal d'horloge, à un instant donné, n'est pas le même en tout point du circuit (*clock skew*), le microprocesseur ne pourra pas fonctionner correctement.

Les interconnexions métalliques sont donc à l'origine de la limitation de la rapidité des circuits intégrés. Pour palier ce problème, le remplacement des interconnexions métalliques par des interconnexions optiques a été proposé [1] dès 1984. Dans les interconnexions optiques, l'information est transmise par la lumière. La vitesse du signal est la vitesse de la lumière, et, au contraire des interconnexions métalliques, le temps mis pour parcourir toute la longueur du circuit ne dépend pas du nombre de composants qui reçoivent le signal. De plus, entre deux guides optiques, il n'y a pas de phénomène d'interférences, résultant en l'apparition d'une capacité parasite, comme c'est le cas quand deux pistes métalliques sont proches. Le silicium, du fait de sa bande interdite indirecte, est inadapté à l'émission de lumière. L'intégration de GaAs (bien connu pour sa grande efficacité à émettre de la lumière du fait de sa bande interdite directe) pour la réalisation d'émetteurs de lumière sur silicium permettrait alors de résoudre le problème de distribution du signal d'horloge dans les circuits microélectroniques.

1.1.2 Substrat bas coût pour les cellules solaires

Actuellement, les cellules solaires sont principalement réalisées à partir du Si. En général, les panneaux solaires disponibles pour le grand public sont faits à partir de silicium polycristallin, qui est déposé sur un substrat de verre de grande surface. Ce type de cellules donne un rendement de conversion, c'est-à-dire le rapport entre le nombre d'électrons collectés et le nombre de photons incidents, d'environ 7%. Des cellules solaires à base de silicium monocristallin, de taille plus faible, présentent des rendements de 17%. Il existe aussi des cellules, de taille encore plus petite, réalisées à partir de GaAs, qui présentent un rendement de conversion pouvant aller jusqu'à 22%.

Sans tenir compte des étapes technologiques nécessaires pour la réalisation de la cellule finale qui sont à priori les mêmes sur Si et GaAs, le prix d'une cellule est fixé par le prix du substrat. Or, pour des dimensions équivalentes, le GaAs coûte 5 fois plus cher que le substrat de silicium monocristallin. De plus, le silicium a une plus grande résistance mécanique que le GaAs, ce qui permet de fabriquer des substrats plus grands. L'intégration monolithique de GaAs sur substrat de Si de grandes dimensions (300 mm) permettrait ainsi la réalisation de cellules solaires donnant un fort rendement de conversion, présentant une bonne tenue mécanique, et à un prix plus bas que l'équivalent sur substrat de GaAs.

1.1.3 Evacuation de la chaleur

Des composants en fonctionnement, comme les diodes électroluminescentes ou les lasers, produisent de la chaleur. Si la chaleur n'est pas efficacement évacuée, l'élévation de température peut modifier les caractéristiques du composant [5] (par exemple, décalage en longueur d'onde, augmentation du courant de seuil pour obtenir l'effet laser) et le rendre inutilisable. Le silicium a une conductivité thermique de $1,5 \text{ W.cm}^{-1}.\text{K}^{-1}$, contre $0,45 \text{ W.cm}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le GaAs. Le silicium évacue donc 3 fois mieux la chaleur que le

GaAs. Ainsi, le silicium, utilisé comme substrat pour l'arséniure de gallium, permettrait une meilleure évacuation de la chaleur des composants optoélectroniques, et une meilleure stabilité en température de leurs caractéristiques électro-optiques.

1.2 Difficultés de l'épitaxie de GaAs sur Si

Comme nous l'avons décrit en début de chapitre, les applications potentielles de dispositifs à base de GaAs sur Si sont très attractives. L'obtention de hauts débits d'information par l'utilisation d'interconnexions optiques, la fabrication de substrat de GaAs à bas coût, sont autant d'applications de l'intégration du GaAs sur Si. Cependant, l'épitaxie de GaAs sur Si pose de nombreuses difficultés liées aux propriétés intrinsèques de ces deux matériaux.

Dans cette section, nous détaillons les trois grandes difficultés à surmonter pour pouvoir réaliser des composants intégrés monolithiquement sur silicium. Elles reposent sur trois différences fondamentales entre le GaAs et le Si :

- le paramètre de maille
- le coefficient de dilatation thermique
- le caractère polaire du GaAs/non-polaire du Si.

1.2.1 Paramètre de maille

Lors de l'épitaxie d'un matériau A sur un matériau B, de paramètres de maille différents, le cristal A épitaxié prend le paramètre de maille du substrat B. La figure 1.2 montre l'exemple de deux matériaux A et B de structure cubique, avec des paramètres de maille a_A et a_B , tels que $a_A > a_B$. On définit aussi les paramètres de maille $a_{//}$ et a_{\perp} , respectivement dans le plan parallèle et dans le plan perpendiculaire à la surface.

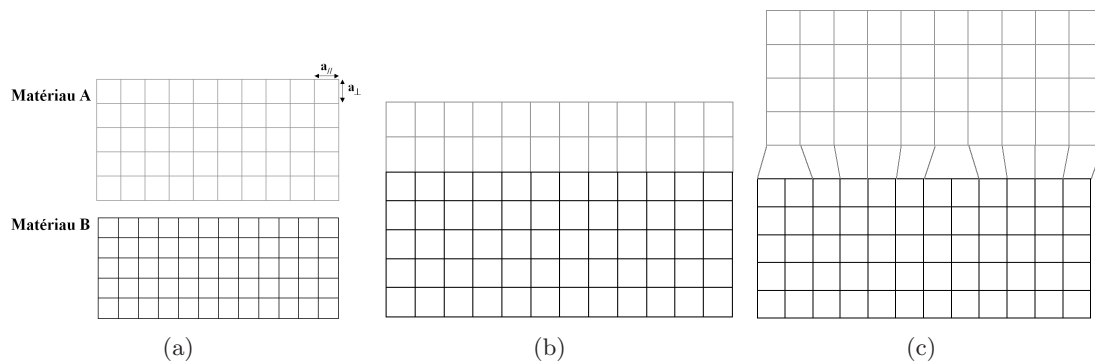


FIG. 1.2: Épitaxie d'un matériau A sur un substrat B (avec $a_A > a_B$) : (a) matériaux massifs, (b) couche de A sur B, et (c) couche épaisse de A sur B.

Dans le cas (a) de la figure 1.2, les paramètres des matériaux sont tels que :

$$\begin{aligned} a_{//}(A) &= a_{\perp}(A) = a_A \\ a_{//}(B) &= a_{\perp}(B) = a_B \end{aligned}$$

Pour une épaisseur de matériau A épitaxié faible (cas (b)), le paramètre de maille parallèle à la surface $a_{//}(A)$ est égal à celui du matériau B, et le paramètre de maille perpendiculaire à la surface $a_{\perp}(A)$ est plus grand que a_A . Le matériau A subit une déformation quadratique. Il est contraint en compression sur le matériau B. L'énergie élastique de la couche A est non nulle, et augmente proportionnellement avec son épaisseur.

A partir d'une épaisseur critique h_c [6], l'énergie emmagasinée dans la couche A est suffisante pour créer des dislocations (cas (c)), et le matériau A reprend son paramètre de maille. Ces dislocations apparaissent à l'interface A/B, et peuvent se propager dans le matériau A. L'épaisseur critique h_c peut être estimée à partir des paramètres intrinsèques des matériaux A et B à l'aide de la relation :

$$h_c = \frac{b}{8\pi f(1+\nu)} \left(\ln \frac{h_c}{b} + 1 \right) \quad (1.1)$$

où

b est la norme du vecteur de Burgers de la dislocation

ν est le coefficient de Poisson du matériau A

$f = \frac{a_A - a_B}{a_B}$, est appelé désaccord de paramètres de maille entre A et B.

D'après la relation (1.1), plus la différence de paramètres de maille est grande, plus l'épaisseur critique h_c sera faible. Dans le cas du GaAs sur Si, f vaut :

$$f = 4,1\% \quad \text{avec } a_{GaAs} = 0,5653 \text{ nm et } a_{Si} = 0,5431 \text{ nm (à 300 K)}$$

Cela conduit à une épaisseur critique théorique inférieure au nanomètre. En pratique, des dislocations se forment dans le GaAs épitaxié sur Si dès le début de la croissance. La densité moyenne de dislocations émergentes dans le GaAs épitaxié sur Si est de l'ordre de 10^8 cm^{-2} [7], ce qui représente quatre ordres de grandeur de plus que la densité de dislocations obtenues lors de l'homoépitaxie de GaAs sur GaAs.

Les dislocations constituent des centres de recombinaisons non radiatives et dégradent la qualité optique des matériaux. Elles peuvent aussi faciliter la diffusion d'impuretés et conduire à un dopage involontaire des structures [7].

Pour conserver un matériau ayant des propriétés comparables à celles du matériau massif, il faut impérativement diminuer la densité de dislocations. Dans la suite, nous présentons des méthodes, telles que l'utilisation de substrat désorienté, les recuits après croissance, l'utilisation de couches contraintes, et l'épitaxie latérale, qui peuvent permettre de réduire la forte densité de dislocations émergentes de 10^8 cm^{-2} dans le GaAs épitaxié directement sur silicium.

1) Désorientation du substrat

La déformation engendrée par la dislocation peut être représentée par son vecteur de Burgers \vec{b} . Dans la structure blende de zinc du GaAs, on peut distinguer deux types de dislocations (figure 1.3).

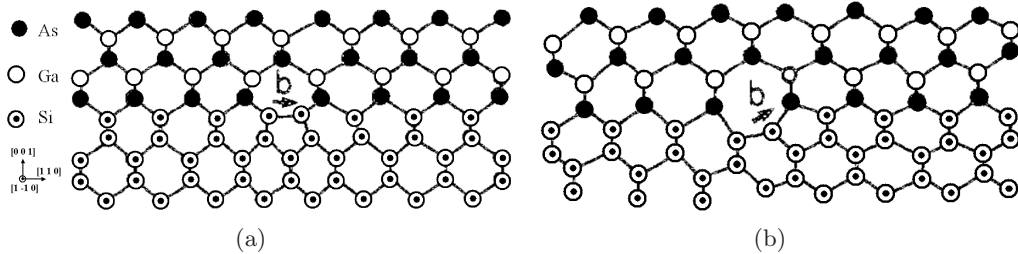


FIG. 1.3: Dislocations de type I (a) et type II (b) [7].

Le type I correspond à une dislocation dont le vecteur de Burgers est parallèle à la surface, ie au plan (001). Les dislocations de type II ont un vecteur de Burgers qui fait un angle de 45° par rapport au plan (001). Les dislocations de type I sont moins néfastes pour le matériau que celles de type II. En effet, les dislocations de type I accommodent mieux le désaccord paramétrique que les dislocations de type II – il en faut moins pour un même désaccord de paramètre de maille –, et les dislocations de type I sont confinées à l'interface GaAs/Si alors que les dislocations de type II peuvent facilement se propager dans toute l'épaisseur du matériau (dislocations émergentes).

Fischer et Otsuka [8,9] ont remarqué, lors d'une étude de l'interface GaAs/Si, que la désorientation du substrat privilégiait la formation de dislocations de type I (diminution d'un facteur 5 du nombre de dislocations de type II sur une surface désorientée de 4° vers $[1-10]$). Ils supposent que la nucléation des dislocations de type I est favorisée par la présence de marches atomiques, plus denses à la surface d'un substrat désorienté. Ainsi, la désorientation du substrat permet de privilégier les dislocations de type I, et de réduire le nombre de dislocations émergentes.

2) Couche épaisse de GaAs

Lors de la croissance du GaAs, des dislocations émergentes (type II) peuvent se rencontrer. Une dislocation de type I introduit moins d'énergie dans le GaAs que deux dislocations de type II. Ainsi, quand deux dislocations de type II se rencontrent, elles vont se transformer en une dislocation de type I (critère de Frank), qui se déplacera parallèlement à la surface. Toutefois, la réduction de la densité de dislocations émergentes n'est effectivement appréciable que pour des épaisseurs de matériau épitaxié très importantes. Tachikawa *et al* [10] montrent qu'il faut $180 \mu\text{m}$ de GaAs épitaxié sur Si pour réduire la densité de dislocations de 10^8 cm^{-2} (à l'interface GaAs/Si) à $4 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Cette épaisseur est bien trop importante pour envisager la réalisation de composants. En effet, les vitesses de

croissance par épitaxie par jet moléculaire (EJM) ou par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM) sont de l'ordre de quelques microns par heure, ce qui rend la fabrication de telles couches peu réalisable.

3) Recuits

Lors de recuits effectués à hautes températures (typiquement $> 700^\circ\text{C}$), la mobilité des dislocations est augmentée, et il devient plus probable que deux dislocations de type II se rencontrent. Pour un recuit d'une demi-heure à 850°C , sous flux d'arsine, la densité de dislocations émergentes d'une couche de $4\ \mu\text{m}$ de GaAs peut être réduite à $10^5\ \text{cm}^{-2}$ [11]. L'utilisation de fours à recuit rapide permet de réduire le temps à quelques secondes pour des températures voisines de 900 à 1000°C [7].

4) Couches contraintes

Une dislocation dans un champ de contrainte subit une force, dite force de Peach-Koehler. S'il s'agit d'une compression, la force est répulsive, et déplace la dislocation loin de la source de la contrainte. Ainsi, en épitaxiant sur une couche de GaAs un matériau C de plus grand paramètre de maille que le GaAs, on crée une contrainte qui va repousser les dislocations loin de l'interface GaAs/C. Les dislocations vont se courber et se déplacer parallèlement à la surface, et pourront s'annihiler deux à deux [12–14]. La figure 1.4 montre le cas où une couche d'InGaAs est épitaxiée sur le GaAs. L'InGaAs a un paramètre de maille plus grand que le GaAs, et le désaccord peut être contrôlé par la composition x en indium.

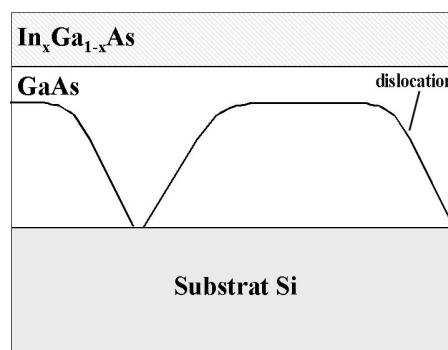


FIG. 1.4: Illustration de l'effet de la contrainte sur des dislocations de type II : la contrainte créée par la couche d' $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ repoussent les dislocations.

L'épaisseur de la couche utilisée pour créer la contrainte doit être choisie de telle façon que l'épaisseur critique pour la formation de dislocations, liée au désaccord paramétrique entre le GaAs et cette couche, ne soit pas dépassée.

5) Epitaxie latérale

L'épitaxie latérale (*Conformal Growth* ou *Epitaxial Lateral Overgrowth* ELO) consiste à faire croître du GaAs à partir de germes [15]. Les germes sont des zones de GaAs isolées les unes des autres.

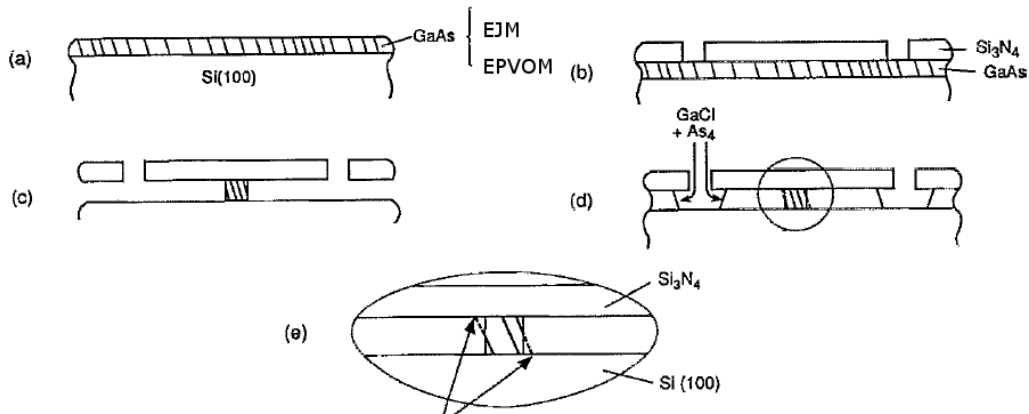


FIG. 1.5: Principe de l'épitaxie latérale : la propagation des dislocations est bloquée par le masque de nitrure lors de la croissance latérale du GaAs [15].

La figure 1.5 montre les étapes importantes de la technique : (a) une couche de GaAs de quelques centaines de nanomètres est épitaxiée, soit par EJM ou par EPVOM, sur du silicium ; (b) du nitrure Si_3N_4 est déposé sur le GaAs, et des ouvertures y sont gravées par gravure ionique réactive ; (c) les germes de GaAs sont définis par gravure humide de la couche de GaAs sous le masque de nitrure ; (d) par épitaxie en phase vapeur chlorée, afin d'être sélectif par rapport au nitrure, du GaAs est épitaxié latéralement à partir des germes.

L'intérêt de l'épitaxie latérale est schématisé à la figure 1.5 (e). La propagation des dislocations dans le GaAs est bloquée par le masque de nitrure. La croissance se faisant latéralement, les dislocations qui se propagent à partir des germes sont bloquées, laissant un matériau « sans défaut ». Les densités de dislocations avec cette technique sont réduites jusqu'à $5 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ [16], au lieu des 10^8 cm^{-2} du GaAs sur Si.

Cette technique est efficace dans la réduction de la densité de dislocations émergentes sur une faible épaisseur de GaAs (typiquement inférieure au micron), et permet de localiser la croissance du GaAs sur le substrat de silicium (des rubans de $50 \mu\text{m}$ sur plusieurs centaines de microns ont été rapportés [16], la surface sans défauts s'étendant sur une vingtaine de microns de part et d'autre du germe de $10 \mu\text{m}$ de large). Toutefois, la succession des étapes de gravure, et des deux méthodes de croissance employées la rendent lourde d'utilisation.

Le fort désaccord de paramètres de maille de 4 % entre le GaAs et le Si conduit à de fortes densités de dislocations émergentes dans la couche de GaAs (10^8 cm^{-2} , au lieu de 10^4 cm^{-2} pour l'homoépitaxie

de GaAs sur GaAs). Nous avons décrit des techniques de réduction de la densité de dislocations pendant (substrat désorienté, couche épaisse, couche contrainte, épitaxie latérale) et après (recuits à haute température) épitaxie de la couche de GaAs permettant de diminuer cette densité jusqu'à 10^5 cm^{-2} .

1.2.2 Coefficient de dilatation thermique

Le GaAs et le Si ont des coefficients de dilatation thermique très différents : à la température ambiante, $\alpha_{GaAs} = 6,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, et $\alpha_{Si} = 2,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

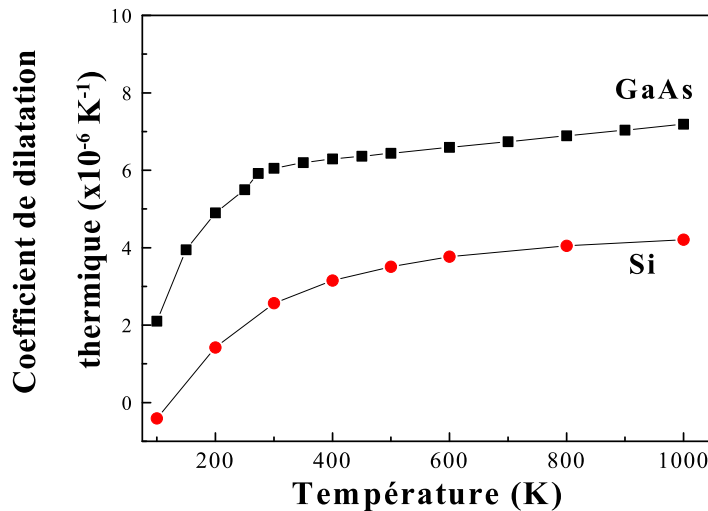


FIG. 1.6: Coefficients de dilatation thermique du Si et GaAs en fonction de la température.

La figure 1.6 montre l'évolution des coefficients de dilatation thermique α pour le Si et le GaAs en fonction de la température. Quelque soit la température, α_{GaAs} est en moyenne deux fois plus grand que α_{Si} . Cela signifie qu'après l'épitaxie, pendant la descente en température de la température de croissance à la température ambiante, le GaAs va se contracter plus vite que le substrat de Si. La couche de GaAs va ainsi subir une déformation en tension qui peut conduire à la formation de fissures [17, 18].

Cette déformation en tension conduit à une augmentation de l'énergie élastique emmagasinée dans la couche de GaAs. L'énergie élastique dépend de l'épaisseur t de la couche et de la différence entre la température de croissance et la température ambiante. L'énergie élastique E_e utilisable pour créer une fissure est l'énergie emmagasinée dans une zone qui s'étend jusqu'à une distance t , de l'ordre de l'épaisseur de la couche, autour de la fissure (figure 1.7) [18, 19].

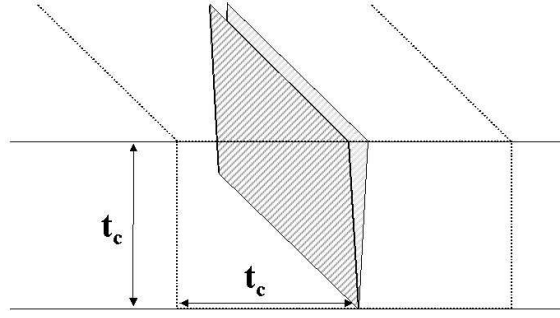


FIG. 1.7: Création d'une fissure quand la couche atteint l'épaisseur critique t_c : l'énergie élastique emmagasinée jusqu'à une distance t_c de la fissure est égale à l'énergie pour créer deux nouvelles surfaces.

L'énergie élastique E_e s'écrit

$$E_e = 2t^2G \frac{(1+\nu)}{(1-\nu)} f^2 \quad (1.2)$$

où

G est le module de cisaillement du GaAs

ν est le coefficient de Poisson du GaAs

t est l'épaisseur de la couche

f est la déformation de la couche de GaAs

Dans le cas où la déformation est due à la différence de coefficients de dilatation thermique entre le Si et le GaAs, f s'exprime par :

$$f = \int_{T_c}^{T_{amb}} (\alpha_{GaAs}(T) - \alpha_{Si}(T)) dT$$

où T_c est la température de croissance, et T_{amb} la température ambiante.

En prenant $\alpha_{GaAs}(T) - \alpha_{Si}(T)$ constant sur la gamme de températures utilisées, l'expression de la déformation f devient :

$$f = (\alpha_{GaAs} - \alpha_{Si}) \Delta T$$

L'énergie pour créer la fissure est l'énergie de surface de deux nouvelles surfaces (110), puisque les fissures dans le GaAs sont suivant les plans {110}. Messmer et Bilello [20] ont estimé l'énergie de surface E_s du plan (110) dans le GaAs à $0,87 \text{ J.m}^{-2}$. Ainsi, l'énergie E_c pour créer une fissure dans une couche de GaAs d'épaisseur t vaut :

$$E_c = 2tE_s$$

Quand l'épaisseur critique t_c est atteinte, l'énergie élastique emmagasinée dans la couche est suffisante pour créer une fissure, ie deux surfaces (110).

$$E_e = E_c$$

soit

$$t_c = \frac{E_s(1 - \nu)}{G(1 + \nu)f^2} \quad (1.3)$$

La figure 1.8 donne l'évolution de l'épaisseur critique de création de fissures en fonction de ΔT . On peut remarquer que plus la différence de température ΔT est grande, plus l'épaisseur critique t_c sera faible.

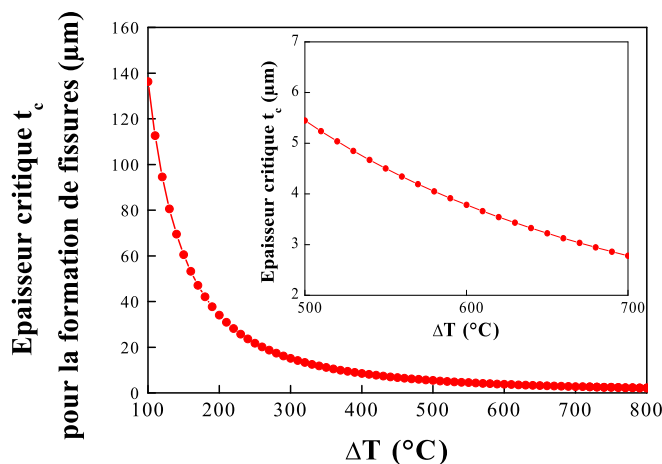


FIG. 1.8: Evolution de l'épaisseur critique de formation de fissures en fonction de l'écart entre la température de croissance et la température ambiante.

La différence de coefficients de dilatation thermique entre le silicium et le GaAs conduit à l'apparition d'une déformation en tension de la couche de GaAs, lors de la descente en température après la croissance. Cette déformation est à l'origine de la formation de fissures dans le GaAs. Dans la pratique, comme nous le verrons plus loin (chapitre 2), les températures de croissance standard sont de l'ordre de 650°C. Cela donne une épaisseur critique pour la formation de fissures de 3,5 μm . Nous verrons au chapitre 4 que des fissures apparaissent effectivement dans nos structures, lorsque l'épaisseur épitaxiée atteint plusieurs microns.

1.2.3 Parois d'inversion

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'origine de l'apparition des parois d'inversion dans le GaAs lorsqu'il est épitaxié sur un substrat de silicium. Nous présenterons aussi des moyens de réduire, voire supprimer, ce type de défaut en utilisant de fortes épaisseurs de GaAs ou des substrats désorientés.

1) Origine des parois d'inversion

Le silicium a une structure cristalline de type diamant, formée par deux sous-réseaux cubiques faces centrées (cfc) décalés de $a[\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}]$, où a est le paramètre de maille. Le GaAs cristallise suivant la structure blende de zinc, identique à celle du silicium à ceci près que les atomes de gallium et d'arsenic sont sur deux cfc distincts.

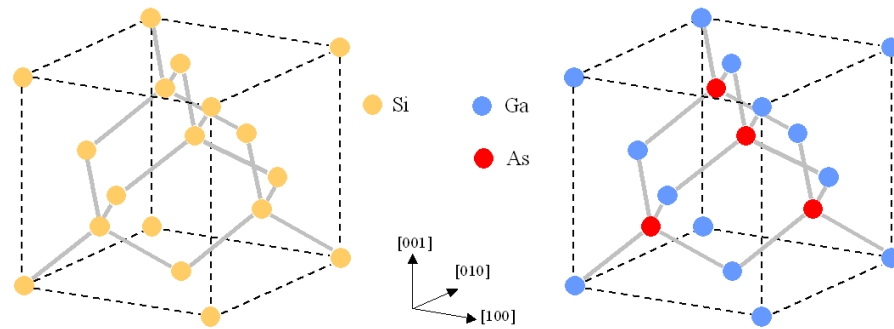


FIG. 1.9: Structure cristalline du Si et du GaAs.

Au moment de l'épitaxie de GaAs sur un substrat de GaAs, les atomes de Ga et d'As s'insèrent dans le cristal à leurs places respectives, ie chacun dans leur sous-réseau. Lors de l'épitaxie de GaAs sur Si, les atomes d'arsenic et de gallium peuvent indifféremment se mettre dans l'un des deux sous-réseaux du cristal de Si, puisque le silicium forme aussi bien des liaisons avec le gallium qu'avec l'arsenic. Si les atomes de Ga et d'As arrivent simultanément sur la surface de silicium, il peut y avoir des zones dont la première couche est formée d'atomes de Ga et d'autres dont la première couche est constituée par des atomes d'As. Quand de telles zones se rejoignent, il y a formation de « mauvaises liaisons » de Ga-Ga et/ou d'As-As [21]. Les plans formés par ces mauvaises liaisons sont appelés parois d'inversion ¹ (*AntiPhase Boundaries* APB)(figure 1.10).

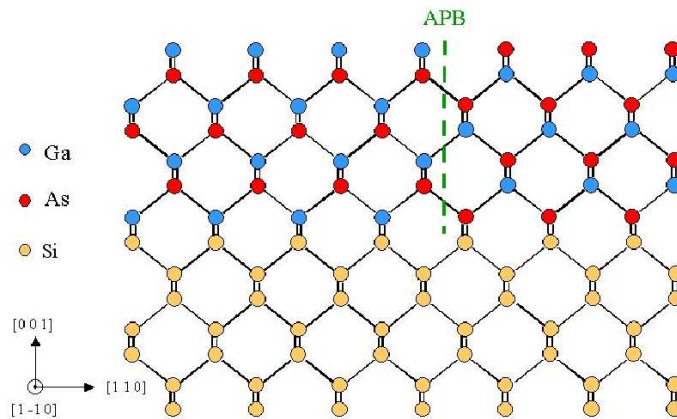


FIG. 1.10: Formation d'une paroi d'inversion sur une surface atomiquement plane.

¹En français, on emploie aussi le terme de parois d'antiphase.

Les parois d'inversion délimitent des domaines d'inversion (*Antiphase Domains* APD). À l'intérieur de chaque domaine, on retrouve le cristal de GaAs avec sa structure blende de zinc. Mais d'un domaine à l'autre qui lui est adjacent, la structure cristalline tourne de 90° (figure 1.11).

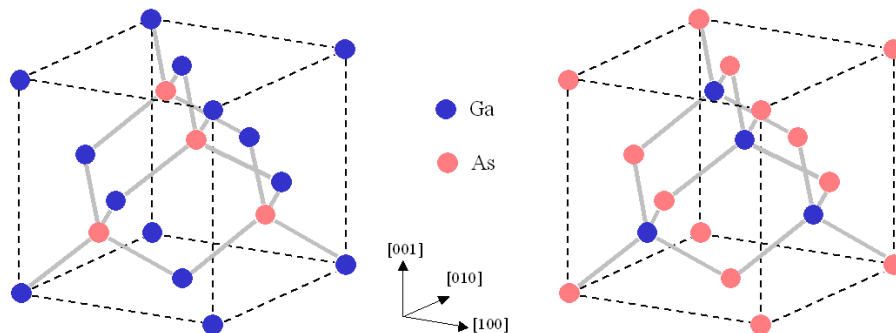
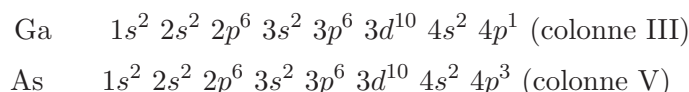


FIG. 1.11: Deux orientations possibles du cristal de GaAs. Entre les deux orientations, il y a une rotation de 90° autour de la direction $[001]$.

Cette rupture de la symétrie du réseau de GaAs conduit à une dégradation de la qualité électrique et optique du matériau [7].

Rappelons la structure électronique du gallium et de l'arsenic :



Par rapport à une liaison Ga-As, une liaison Ga-Ga a deux électrons en moins, et se comporte comme un accepteur, et une liaison As-As qui a deux électrons en plus, se comporte comme un donneur. Les parois jouent le rôle de pièges et de centres de recombinaisons non radiatives pour les porteurs. Si, dans une paroi d'inversion, il y a un même nombre de liaisons Ga-Ga et As-As, (cela dépend du type de paroi comme nous le verrons plus loin), la couche épitaxiée contenant les parois se comportera alors comme un semi-conducteur fortement compensé, avec des propriétés (la mobilité des porteurs notamment) dégradées.

Les parois d'inversion peuvent apparaître au niveau de marches monoatomiques. La surface des substrats n'est pas plane à la couche atomique près, et le saut d'une couche atomique fait passer les atomes d'un sous-réseau à l'autre (figure 1.12). Ainsi, par exemple si la surface est saturée par des atomes d'As, d'un côté de la marche l'As sera dans un sous-réseau, et de l'autre côté, l'As sera dans l'autre sous-réseau, ce qui aboutit à la formation d'une paroi d'inversion.

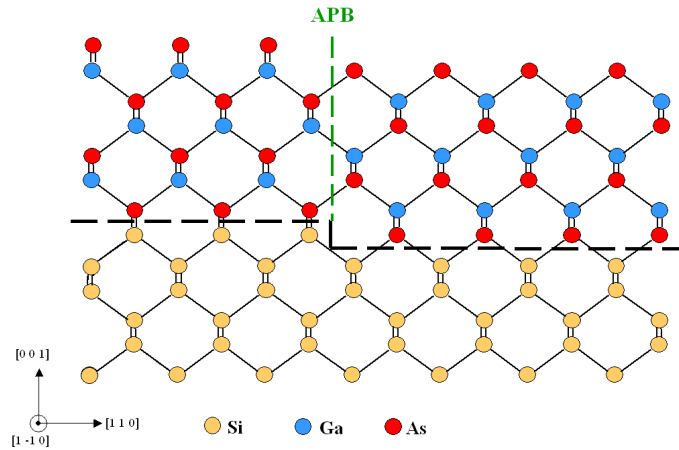


FIG. 1.12: Formation d'une paroi d'inversion au niveau d'une marche atomique.

2) Différentes orientations

L'énergie d'une paroi varie en fonction de l'orientation du plan délimitant les mauvaises liaisons. En effet, cette énergie est la somme de trois termes : interaction entre proches voisins, interaction ionique à longue portée, et contributions non stoechiométriques.

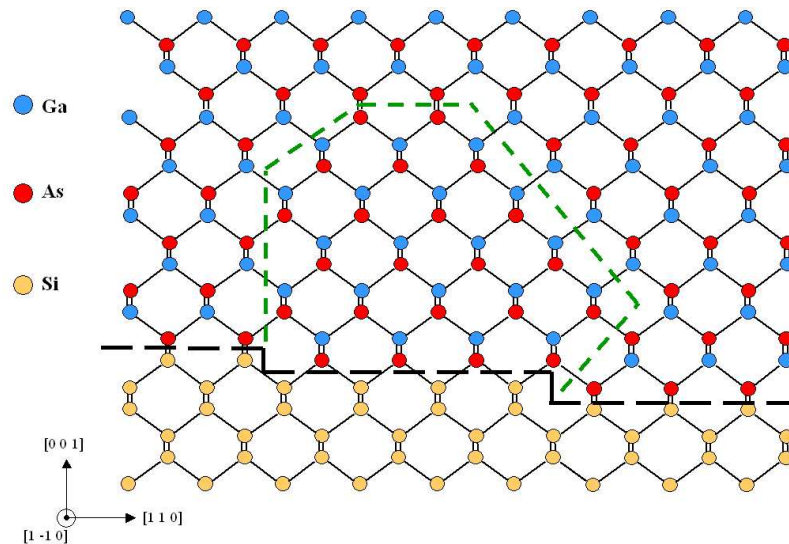


FIG. 1.13: Parois d'inversion avec différentes orientations.

Le terme dû aux interactions entre proches voisins peut être estimé en comptant le nombre de mauvaises liaisons par unité de surface qui traversent la paroi d'inversion et en le multipliant par l'excès d'énergie d'une liaison. Le terme dû à l'interaction ionique à longue portée est négligeable devant les interactions entre proches voisins, parce que le GaAs est un cristal à caractère majoritairement covalent. Les contributions non stoechiométriques

viennent du fait que la paroi d'inversion peut compter un nombre différent de mauvaises liaisons Ga-Ga et As-As, et donc un nombre total non nul d'électrons en plus ou moins par rapport à des liaisons Ga-As.

Dans une première approche, il est possible de ne tenir compte que des interactions entre proches voisins. Prenons l'exemple d'une paroi orientée suivant le plan (001) (paroi horizontale dans la figure 1.13). Les atomes constituant la paroi sont tous du même type (Ga ou As).

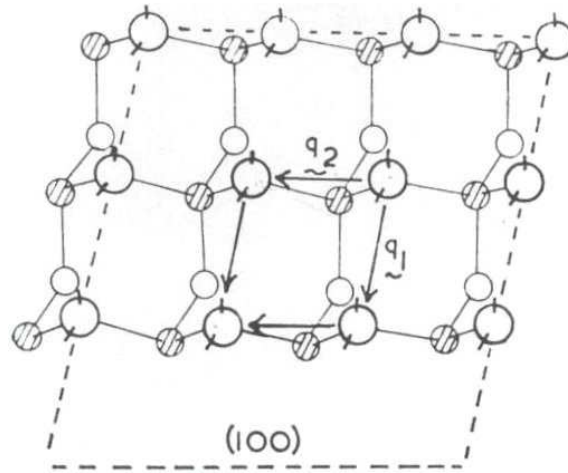


FIG. 1.14: Paroi d'inversion orientée selon le plan (001).

La cellule élémentaire, représentée figure 1.14, est définie par les deux vecteurs \vec{q}_1 et \vec{q}_2 avec $\vec{q}_1 = \frac{a}{2}[0 - 1 - 1]$ et $\vec{q}_2 = \frac{a}{2}[0 - 11]$. L'aire de la cellule vaut $\frac{a^2}{2}$.

A chaque coin, un atome a deux mauvaises liaisons. Il participe à quatre cellules, donc sa contribution par cellule est de $\frac{1}{2}$. Ce qui donne 4 atomes avec $\frac{1}{2}$ mauvaise liaison, soit 2 mauvaises liaisons pour la cellule élémentaire ou $\frac{2}{\frac{a^2}{2}} = \frac{4}{a^2}$ mauvaises liaisons par unité de surface.

Suivant que les atomes sont Ga ou As, l'excès d'énergie créé par la paroi s'exprimera par :

$$(E_{GaGa} - E_{GaAs}) \frac{4}{a^2} \quad \text{pour Ga}$$

ou

$$(E_{AsAs} - E_{GaAs}) \frac{4}{a^2} \quad \text{pour As}$$

On procède de la même manière pour les autres orientations (110), (111) et (112). La figure 1.15 donne les représentations pour les orientations (110), et (111). Les énergies des différentes orientations sont regroupées dans le tableau 1.3.

Ainsi, on peut voir que les parois d'inversion peuvent présenter des excès d'énergie différents suivant leurs orientations. Il y aura donc des orientations privilégiées du fait de leur énergie

APB	Aire cellule élémentaire	Nombre liaisons mauvaises	Excès d'énergie par unité surface
(001)	$\frac{a^2}{2}$	$4 \times \frac{1}{2} = 2$	$\frac{4}{a^2}(E_{GaGa} - E_{GaAs})$ $\frac{4}{a^2}(E_{AsAs} - E_{GaAs})$
(110)	$\frac{a^2}{\sqrt{2}}$	$4 \times \frac{1}{4} + 1 = 2$	$\frac{\sqrt{2}}{a^2}(E_{GaGa} + E_{AsAs} - 2E_{GaAs})$
(111)	$\frac{a^2\sqrt{3}}{4}$	$4 \times \frac{1}{4} = 1$	$\frac{4}{a^2\sqrt{3}}(E_{GaGa} - E_{GaAs})$ $\frac{4}{a^2\sqrt{3}}(E_{AsAs} - E_{GaAs})$
(112)	$\frac{a^2\sqrt{3}}{\sqrt{2}}$	$4 \times \frac{1}{4} + 2 \times \frac{1}{2} + 2 = 4$	$\frac{\sqrt{2}}{a^2\sqrt{3}}(3E_{GaGa} + E_{AsAs} - 4E_{GaAs})$

TAB. 1.2: Excès d'énergie des parois d'inversion suivant leur orientation.

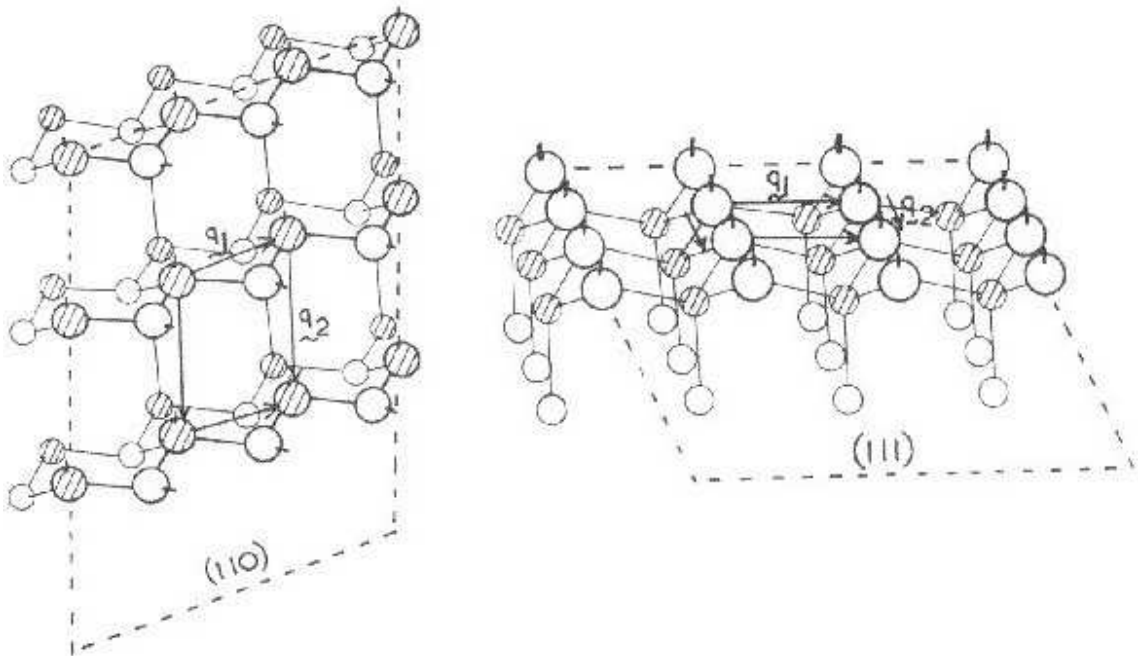


FIG. 1.15: Représentation de la structure blende de zinc, suivant les plans (110) et (111), pour le calcul de l'excès d'énergie introduit par les parois d'inversion [24].

plus faible. D'après le tableau, les plus favorables sont (111), (110), (112), et (001). Cependant, ces estimations ne tiennent pas compte du fait que certaines orientations de parois, comme (111), ne sont pas stœchiométriques et que cela peut augmenter la valeur de l'excès d'énergie. Vanderbilt [22] et Petroff [23] ont estimé les énergies des parois d'inversion (tableau 1.3). Les orientations les plus favorables sont en fait (110), (112), (111) et (001).

APB	(110)	(112)	(111)	(001)
Energie (eV.nm ⁻²) [22]	3,5		4,4	7,0
Energie (eV.nm ⁻²) [23]	2,7	3,1	3,3	3,8

TAB. 1.3: *Energies estimées pour différentes orientations de parois d'inversion, en tenant compte de la non-stœchiométrie.*

3) Suppression des parois d'inversion

Nous avons signalé précédemment que les parois d'inversion sont responsables de dégradations des propriétés du matériau. En effet, les parois peuvent jouer le rôle de centres de recombinaisons non radiatives et ainsi limiter la durée de vie des porteurs. Suivant le type de parois, le matériau peut se comporter comme un semiconducteur fortement compensé et présenter une mobilité fortement diminuée. Pour la réalisation de dispositifs III-V sur silicium avec des performances comparables à celles obtenues sur substrat de GaAs, l'élimination des parois d'inversion est un point crucial. Différentes méthodes tendent à éliminer la formation des parois d'inversion. Dans ce paragraphe nous détaillons les trois méthodes suivantes :

- auto-annihilation
- substrat orienté (211)
- substrat (001) désorienté

a) Auto-annihilation L'auto-annihilation est basée sur l'élimination, au cours de la croissance, des parois d'inversion présentes dans le GaAs. Nous distinguons deux cas : la disparition des parois deux à deux, et la réduction de la longueur de parois du fait de la diminution de l'excès d'énergie introduit dans le GaAs.

i) Rencontre entre deux parois

Nous avons vu que les parois d'inversion pouvaient être orientées suivant différentes directions (parmi les plus favorables [110], [112], [111], et [001]). Au cours de la croissance du matériau, les parois évoluent et peuvent changer de direction et se rencontrer. Comme illustré dans la figure 1.16, des parois qui se rencontrent s'annihilent, laissant un cristal de GaAs mono-domaine, ie sans parois d'inversion.

Ce procédé est efficace au début de la croissance, quand les parois d'inversion sont très nombreuses. Il y a alors une forte probabilité pour que deux parois se rencontrent. Dès que

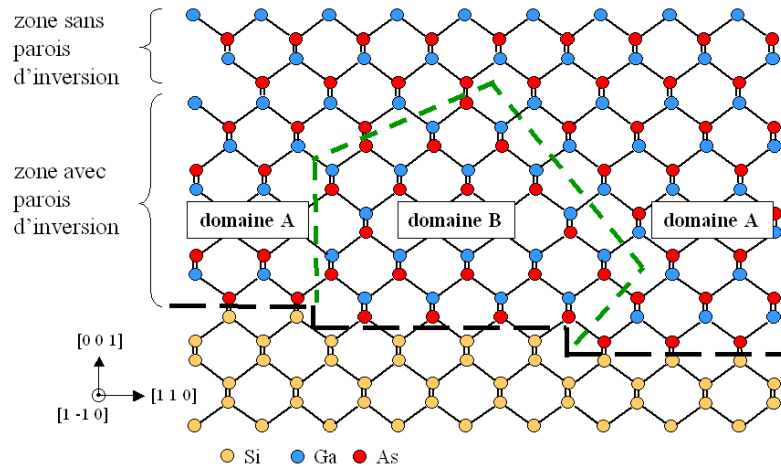


FIG. 1.16: Illustration de la disparition des domaines d'inversion quand deux parois se rencontrent.

l'épaisseur de la couche augmente, la distance entre parois est plus grande, et la rencontre entre parois devient moins probable. Ainsi, pour supprimer les parois d'inversion avec cette méthode, il faudrait une forte épaisseur de GaAs épitaxié. Encore une fois, il n'est pas envisageable, du fait des vitesses de croissance en EJM ou en EPVOM, d'épitaxier des couches de plusieurs dizaines de microns.

ii) Diminution de l'excès d'énergie

Li et Giling [25] ont mené une étude très intéressante sur l'auto-annihilation des parois d'inversion. Leur étude consistait à observer l'évolution de la répartition des parois d'inversion à un même endroit de la surface d'un échantillon en fonction de la profondeur. Pratiquement, ils avaient à disposition un échantillon de GaAs, présentant des parois d'inversion. A l'aide d'une solution de gravure qui révèle les parois d'inversion, ils ont mesuré la répartition des parois. Ensuite, une étape de polissage mécano-chimique à l'aide d'une solution de $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2$ leur permet d'obtenir une surface lisse située à une distance x contrôlée de la surface. Une autre révélation des parois donne la répartition à cette profondeur.

La figure 1.17 montre la répartition des parois d'inversion pour quatre profondeurs : à la surface (a), à $1,6 \mu\text{m}$ de la surface (b), à $2,6 \mu\text{m}$ (c) et $3,1 \mu\text{m}$ (d). On voit qu'en se rapprochant de l'interface GaAs/Si, la densité de parois augmente. Cela signifie qu'au cours de la croissance ces mêmes parois ont disparu, elles se sont annihilées. En comparant les déplacements des parois dans les images a et b, Li et Giling montrent que les parois qui se propagent sont orientées suivant $\{110\}$. En considérant la probabilité pour que deux parois se rejoignent, ils arrivent à une probabilité trop faible ($0,5^N$ où N est le nombre de domaines) pour expliquer la disparition des parois. Ils suggèrent qu'un autre mécanisme est responsable de cette diminution. Pour cela, ils expriment l'excès d'énergie introduit par la paroi d'inversion, dû essentiellement aux mauvaises liaisons Ga-Ga et As-As comme

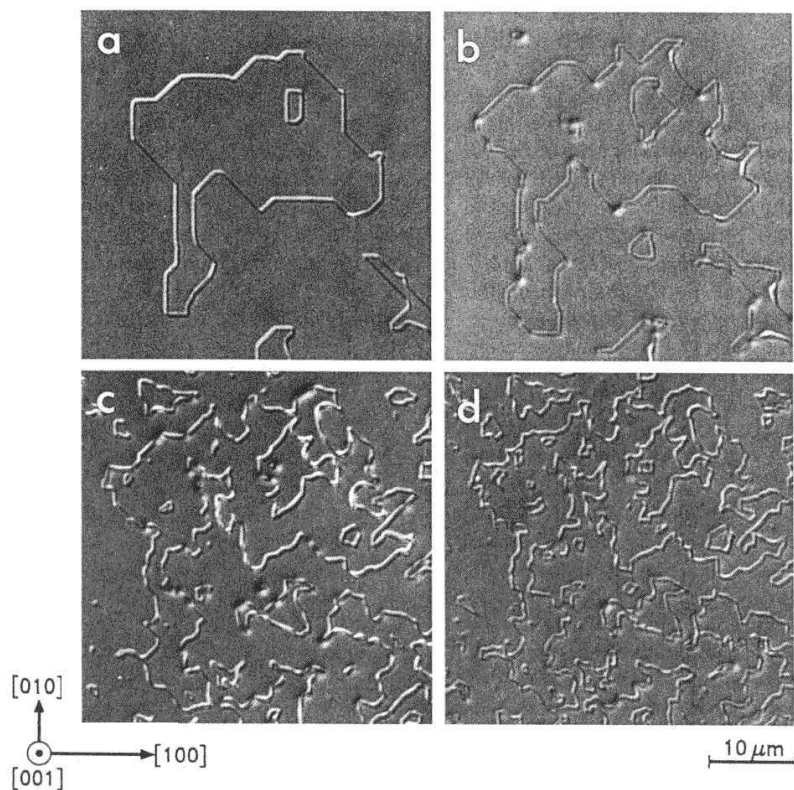


FIG. 1.17: Evolution de la répartition des parois en fonction de l'épaisseur a) surface, b) à $1,6 \mu\text{m}$ de profondeur, c) à $2,6 \mu\text{m}$ et d) $3,1 \mu\text{m}$ (images obtenues à l'aide d'un microscope optique muni d'un polariseur pour augmenter le contraste) [25].

décrit au début de la section 1.2.3.

$$E_{APB} = \int_S \epsilon(k, l, m) ds$$

où

$\epsilon(k, l, m)$ est l'excès d'énergie par unité de surface dû à la paroi orientée suivant le plan $\{klm\}$

ds est la surface élémentaire de la paroi dans le plan $\{klm\}$

S est la surface de la paroi.

Pour une monocouche, ds peut être exprimée en fonction de l'épaisseur de la couche, de l'angle γ entre le plan (001) et (klm) et la longueur dL de l'intersection du plan (klm) de la paroi avec le plan (001).

$$ds = \frac{a}{4} \frac{dL}{\sin \gamma}$$

avec

$$\sin \gamma = \sqrt{\frac{k^2 + l^2}{k^2 + l^2 + m^2}}$$

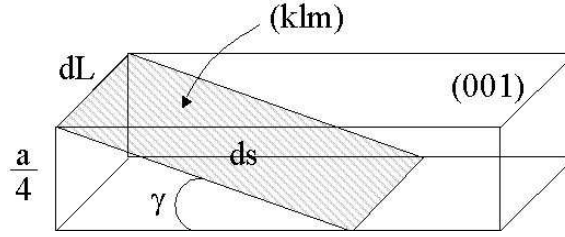


FIG. 1.18: Intersection de la paroi selon le plan (klm) avec le plan (001) .

L'intégrale donnant l'excès d'énergie dans la couche devient alors :

$$E_{APB} = \int_L \epsilon(k, l, m) \sqrt{\frac{k^2 + l^2 + m^2}{k^2 + l^2}} dL$$

ie

$$E_{APB} = \int_L \Phi(k, l, m) dL \quad (1.4)$$

où

L est la longueur totale de la paroi dans le plan (001)

Le cristal a tendance à minimiser l'excès d'énergie introduit par les parois. C'est à dire :

$$\delta E_{APB} < 0$$

Ce qui se traduit en fonction de la relation (1.4) par :

$$\delta \Phi(k, l, m) L + \Phi(k, l, m) \delta L < 0$$

En faisant intervenir le vecteur unitaire \vec{n} normal au plan (klm) et le gradient de la fonction $\Phi(k, l, m)$, on aboutit à :

$$\vec{\nabla}_n \Phi(k, l, m) \delta \vec{n} L + \Phi(k, l, m) \delta L < 0$$

et

$$\vec{\nabla}_n \Phi(k, l, m) \delta \vec{n} < 0 \quad \text{pour } \delta L = 0 \quad (1.5)$$

$$\Phi(k, l, m) \delta L < 0 \quad \text{pour } \delta \vec{n} = \vec{0} \quad (1.6)$$

La relation (1.5) traduit le fait que les parois vont s'orienter suivant des plans de plus basse énergie, ie suivant les plans $\{110\}$.

Etant donné que $\Phi(k, l, m) > 0$, la relation (1.6) donne dL négatif. C'est à dire que la longueur des parois tend à diminuer.

Ainsi, les parois vont tendre vers l'orientation $[110]$, la plus favorable du point de vue énergétique. Les domaines déjà délimités par des parois suivant les plans $\{110\}$ vont diminuer et finalement disparaître.

Nous venons de voir que les parois d'inversion, au cours de la croissance, peuvent disparaître soit en se rencontrant et en s'annihilant, soit en se réarrangeant – jusqu'à disparaître – de manière à limiter l'excès d'énergie introduit dans le cristal de GaAs.

b) Substrat orienté (211) La formation de parois d'inversion résulte du fait que les atomes de Ga et d'As peuvent indifféremment se lier au substrat de Si. Le groupe de Kroemer [27,28] a eu l'idée d'utiliser une orientation du substrat de silicium pour laquelle les sites des deux sous-réseaux cfc ne sont pas équivalents.

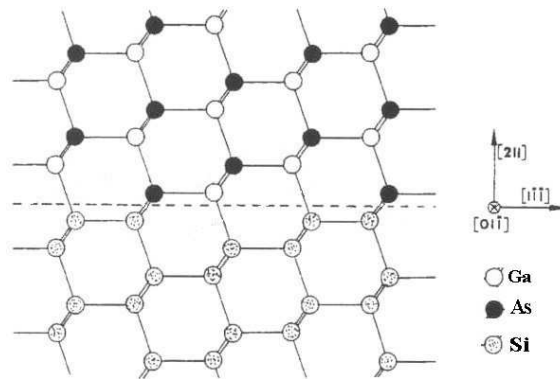


FIG. 1.19: Substrat orienté suivant (211) : absence de domaines d'inversion.

Si l'on considère une surface orientée suivant [211] (figure 1.19), on constate que les sites d'un sous-réseau ont une liaison avec le substrat, et les sites de l'autre sous-réseau deux liaisons. Cette différence entre les sites peut privilégier l'insertion d'un type d'atomes dans un des deux sous-réseaux, supprimant ainsi la formation de paroi d'inversion. Ils ont ainsi obtenu une couche de 200 nm de GaAs épitaxiée sur Si (211) sans paroi d'inversion. Remarque : il est possible d'éviter la formation de domaines d'inversion avec d'autres orientations. Ainsi pour l'orientation (111), les atomes à la surface font tous partie du même sous-réseau.

c) Substrat (001) désorienté Cette méthode, à l'image de la précédente, cherche à empêcher l'insertion des atomes de Ga et d'As dans le même sous-réseau. Le principe est de créer des doubles marches [26], c'est à dire de hauteur $\frac{a}{2}$ (où a est le paramètre de maille du substrat). Les substrats dont la surface est orientée selon le plan (001) ne sont pas plats à la couche atomique près. Il y a des marches monoatomiques ($\frac{a}{4}$) et des doubles marches.

Dans le cas d'un substrat désorienté, la surface n'est plus exactement suivant le plan (001). Un angle α de désorientation existe entre le plan (001) et la surface désorientée. Les terrasses sont plus petites que pour un substrat (001). En effet la largeur des terrasses est donnée par :

$$L = \frac{a}{4 \tan \alpha}$$

Dans le cas du GaAs et pour une désorientation de 6° , les terrasses ont une longueur de 1,4 nm, à comparer avec environ 250 nm pour des substrats non désorientés.

A haute température, il y a un réarrangement de la surface qui ne présente plus que des doubles marches, d'énergie plus faible qu'une surface présentant des marches mono-atomiques. La surface du substrat est alors composée d'atomes appartenant au même sous-réseau.

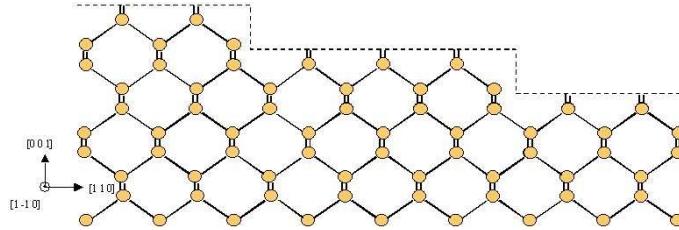


FIG. 1.20: Surface avec des doubles marches : les atomes en surface appartiennent au même sous-réseau.

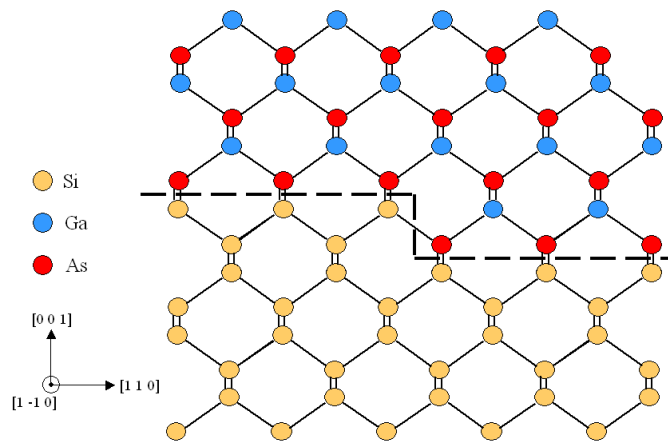


FIG. 1.21: GaAs épitaxié sur une surface ne comprenant que des doubles marches : absence de parois d'inversion.

Si la surface est ensuite saturée par un seul type d'atome, par exemple l'arsenic, il n'y aura pas apparition de parois d'inversion puisque les atomes d'As seront tous dans le même sous-réseau.

Du fait du caractère polaire du GaAs et du caractère non polaire du silicium, l'épitaxie de GaAs sur Si résulte en l'apparition de parois d'inversion. Les parois d'inversion sont une rupture dans la symétrie du réseau de GaAs, et sont formées par des mauvaises liaisons Ga-Ga et/ou As-As. Pour obtenir un matériau de bonne qualité électrique et optique, il faut supprimer les parois d'inversion. Cette suppression peut passer soit par l'auto-annihilation des parois au cours de la

croissance (les parois s'annihilent deux à deux, ou disparaissent pour réduire l'excès d'énergie introduit dans le GaAs), soit par l'utilisation de substrats désorientés qui empêchent la formation des parois dès le début de la croissance.

1.3 Etat de l'art de l'intégration de GaAs sur Si

Après avoir décrit les applications potentielles de l'intégration de GaAs sur silicium en début de chapitre, nous avons détaillé les difficultés de l'épitaxie de GaAs sur substrat de silicium (forte densité de dislocations, présence de fissures et de parois d'inversion dans la couche de GaAs), en présentant des méthodes qui peuvent permettre de s'affranchir de ces problèmes. Dans cette section, nous comparons les deux voies permettant l'intégration de GaAs sur Si : le report et l'épitaxie de GaAs sur silicium.

1.3.1 GaAs reporté sur Si

Pour intégrer le GaAs au silicium, les groupes de recherche pionniers se sont tournés vers les techniques empruntées au *packaging*. Il s'agit du *flip-chip*, et plus précisément du *solder bonding* [29]. Développé par IBM dans les années 1960 [30, 31], le *solder bonding* consiste à mettre en contact, dans des conditions de température et de pression bien définies, la puce à coller et le substrat de Si sur lequel a été déposé du métal. Dans la pratique, le métal est en fait un alliage (étain-plomb, or-indium...).

Depuis, d'autres techniques de collage ont été développées, comme l'*Epitaxial Lift Off* [33] qui consiste à prélever, par gravure chimique sélective, un composant et à le transférer sur le substrat de silicium. Les interactions de Van der Waals assurent alors la cohésion entre la puce et le substrat. Le méthode du *spin on glass* [32] consiste à former des liaisons entre les surfaces oxydées de silicium et de GaAs. Par chauffage à basse température (200°C), des liaisons se forment à l'interface assurant le maintien de la structure.

Récemment des démonstrations de la faisabilité de l'intégration d'émetteurs de lumière sur silicium par collage ont été réalisées [34–36]. Elles montrent que les structures collées sur silicium présentent des caractéristiques comparables à celles sur substrat de GaAs.

L'intérêt de ces méthodes de report est que le dispositif à base de GaAs ne souffre pas du problème de la forte densité de dislocations émergentes, ni des parois d'inversion. Toutefois, le report présente des inconvénients qui peuvent rendre cette technique moins adaptée que d'autre (comme l'épitaxie de GaAs sur Si par exemple). La précision de l'alignement du composant sur le substrat est assez faible. Typiquement la précision est de l'ordre de quelques (voire une dizaine) microns. Le report d'un dispositif sur silicium exigera donc une zone libre sur le substrat plus grande que les dimensions du dispositif, ce qui est

dommageable quand on tend vers la miniaturisation des circuits intégrés. De plus, pour des températures supérieures à 400 °C, l'adhésion entre le GaAs et le silicium n'est plus assurée. La réalisation de substrats de GaAs de grandes dimensions et à faible coût (pour les cellules solaires par exemple) n'est pas possible avec le collage. En effet, les dimensions finales sont limitées par les dimensions des plaques de GaAs. Un autre inconvénient est la difficulté à réaliser de grandes surfaces collées sans aucune cavité d'air à l'interface GaAs/Si. A cela s'ajoutent les étapes supplémentaires (amincissement mécanique, gravure ionique réactive, gravure humide) de retrait du substrat de GaAs après collage qui font que le prix du collage est au final très élevé.

1.3.2 GaAs épitaxié sur Si

En 1983, Shinoda [37] est l'un des premiers à réaliser une diode électroluminescente (DEL) à base de GaAs épitaxiée sur substrat de silicium. La structure est constituée d'une jonction p-n de GaAs épitaxiée par EPVOM sur silicium via une couche tampon de Ge polycristallin. La longueur d'onde de l'électroluminescence λ_{elec} est de 900 nm. Un an plus tard, Fletcher [38] réalise une DEL ($\lambda_{elec} = 872$ nm) à base d'une jonction p-n de GaAs sur une couche tampon de Ge monocristallin évaporée sur un substrat de silicium.

En 1984, Windhorn [39] obtient l'effet laser à la longueur d'onde de 782 nm. La structure active est un puits quantique d' $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{As}/\text{Al}_{0,32}\text{Ga}_{0,68}\text{As}$ épitaxié par EJM. Le substrat de silicium (001) est désorienté de 2° vers la direction $\langle 011 \rangle$, et est recouvert d'une couche de Ge. Les facettes du laser à émission par la tranche n'ont pas été clivées, mais gravées par gravure ionique. A une température de 77 K, en pulsé, le courant de seuil est de 10,8 kA.cm⁻², et le rendement quantique différentiel externe η_{ext} de 1,2% par facette¹.

Dès 1987, l'effet laser ($\lambda_{laser} = 827$ nm) en continu a été obtenu par Deppe [40], à température ambiante, sur une structure à puits quantique GaAs/AlGaAs directement épitaxié sur silicium. Sur un substrat de Si désorienté de 3° vers $\langle 011 \rangle$, une couche tampon de GaAs est épitaxiée à basse température, suivi d'un super-réseau de $\text{Al}_{0,4}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$.

Par la suite, les différents groupes ont cherché à améliorer les caractéristiques de leurs lasers, notamment à augmenter la durée de vie, en diminuant l'effet néfaste de la forte densité de dislocations. Choi [41], par exemple, en incorporant quelques pourcents d'indium dans la zone active du puits de GaAs/AlGaAs, a réussi à diminuer la progression des « *dark line defects* », défauts reliés aux mouvements de dislocations dans la zone active [42] qui conduisent à la rapide dégradation du laser. Il démontre une durée de vie de l'ordre de quelques centaines d'heures, en comparaison de 20 à 60 heures. L'utilisation de boîtes quantiques, structures présentant un plus fort confinement des porteurs que les puits quantiques, comme matériau actif est actuellement envisager pour s'affranchir encore plus des effets des dislocations [43, 44].

¹Pour la définition des notions concernant les caractéristiques des diodes laser, se reporter au chapitre 4.

Dans cette brève revue, les difficultés liées à l'épitaxie de GaAs sur silicium décrites au cours de la section 1.2 ont été surmontées de diverses manières. L'utilisation de substrat de silicium désorienté a permis de s'affranchir du problème des parois d'inversion. Après avoir rapidement abandonné l'insertion d'une couche tampon de germanium à l'interface GaAs/Si¹, les couches contraintes et les super-réseaux, ont servi à diminuer la forte densité de dislocations liée au désaccord paramétrique entre GaAs et Si.

En dépit des difficultés liées aux propriétés intrinsèques du GaAs et du silicium (dislocations, fissures, parois d'inversion), l'épitaxie de GaAs sur Si possède des avantages. Par épitaxie sélective localisée (uniquement possible avec des précurseurs gazeux), les dispositifs à base de GaAs peuvent être disposés sur le substrat de silicium avec une précision qui n'est limitée que par la lithographie. Ceci permet de réduire l'espace nécessaire à l'intégration de l'émetteur de lumière, par exemple, sur silicium. De plus, les étapes de fabrication du dispositif sont peu coûteuses (il n'y a que les étapes standard de fabrication des composants). Enfin, la réalisation de substrats de GaAs de grandes surfaces est possible, les dimensions étant cette fois limitées par les plaques de silicium.

L'intégration de GaAs sur Si peut être obtenue par deux méthodes : le report, qui consiste à coller le GaAs sur le substrat de silicium, et l'épitaxie de GaAs sur Si. Bien que le report souffre moins des problèmes liés aux différences entre le GaAs et le silicium, c'est une méthode qui est plus chère et moins adaptée aux diverses applications possibles de l'intégration de GaAs sur Si que l'épitaxie.

1.4 Les pseudo-substrats de Ge/Si

La section précédente explique que l'épitaxie de GaAs sur silicium s'avère plus avantageuse que les techniques de report. La quasi-totalité des essais d'intégration monolithique de GaAs sur Si a été effectuée directement sur substrat de Si. Le problème majeur à surmonter est la forte densité de dislocations émergentes (10^8 cm^{-2}). Les méthodes décrites à la section 1.2.1 utilisent des moyens plus ou moins complexes pour réduire cette forte densité de dislocations. Une autre façon de diminuer cette densité est de prendre le problème à la source : le désaccord de paramètres de maille entre le GaAs et le Si. Les dislocations se forment pour diminuer l'énergie emmagasinée dans la couche de GaAs du fait de la différence de paramètres de maille avec le silicium. La voie que nous avons choisie pour notre étude, et qui a été initialement proposée par Shinoda, est d'utiliser une couche intermédiaire entre le silicium et le GaAs. Cette couche, dite couche tampon, a pour rôle d'accommoder la différence de paramètres de maille entre le silicium et le GaAs. Le ger-

¹Cette couche sert à réduire la différence de paramètres de maille entre le substrat et le GaAs. Voir la section suivante sur les pseudo-substrats de Ge/Si.

manium, du fait de sa structure cristalline de type diamant et de son paramètre de maille très proche de celui du GaAs, est un matériau susceptible d'être utilisé dans la couche tampon. Le désaccord paramétrique f entre le GaAs et le Ge est de 0,09 % à 300 K.

$$f = 0,09\% \quad \text{avec } a_{GaAs} = 0,5653 \text{ nm et } a_{Ge} = 0,5658 \text{ nm (à 300 K)}$$

Shinoda s'est servi d'une couche tampon de Ge polycristallin. Dans notre étude, nous proposons d'utiliser une couche de Ge monocristallin. Les progrès réalisés dans les techniques de croissance de Ge sur substrat de Si permettent d'obtenir aujourd'hui des couches de Ge monocristallin avec une faible densité de dislocations émergentes ($< 10^8 \text{ cm}^{-2}$).

Remarque 1 : le germanium ayant le même paramètre de maille que le GaAs, l'épitaxie de Ge sur Si devrait donner lieu à de fortes densités de dislocations. Toutefois, comme nous le voyons dans la suite, la densité de dislocations est un ordre de grandeur inférieure à celle du GaAs/Si. Jusqu'à maintenant, aucune explication n'a permis d'interpréter cette plus faible densité de dislocations : la mobilité des dislocations est la même dans le Ge et le GaAs [45,46] ; pour une même déformation l'énergie élastique emmagasinée est la même dans les deux matériaux, ce qui donne une même densité de dislocations. La différence pourrait provenir d'une couche amorphe de Si ou de Ge à l'interface Ge/Si qui bloquerait la propagation des dislocations.

Remarque 2 : le problème des parois d'inversion est aussi présent lors de l'épitaxie de GaAs sur Ge. En effet, comme dans le cas du substrat de silicium orienté selon le plan (001), les sites des deux sous-réseaux cfc du Ge sont équivalents, ce qui conduit à la formation de parois d'inversion (cf section 1.2.3).

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre du projet européen ECOPRO-SiGe (*Economical Production of SiGe material for microelectronics and optoelectronics applications*) qui vise à promouvoir le matériau SiGe pour la micro- et optoélectronique. Nous avons ainsi pu utiliser des substrats élaborés par deux de nos partenaires : des pseudo-substrats de Ge/Si (001) de ST Microelectronics (Crolles, France), et des pseudo-substrats désorientés de Ge/SiGe/Si du Politecnico di Milano (Comes, Italie).

1.4.1 Pseudo-substrat de Ge/Si (001) non désorienté

Ces pseudo-substrats (PS) sont constitués d'une couche de germanium monocristallin (couche tampon) épitaxié sur le silicium. Les PS de Ge/Si (001) que nous avons utilisés proviennent de ST Microelectronics. Ils ont été réalisés par épitaxie en phase vapeur (*Vapor Phase Epitaxy* VPE) sur des plaques de 200 mm de diamètre de Si orienté (001). L'épaisseur de la couche tampon de Ge monocristallin est de 1 à 2 μm . Après la croissance, la surface du pseudo-substrat de Ge/Si (001) présente une certaine rugosité. On observe une figure de *crosshatch* (figure 1.22 (a)), et une rugosité¹ $\sigma_{rms}=1,0 \text{ nm}$.

¹Pour la définition de la rugosité σ_{rms} , voir l'annexe A.

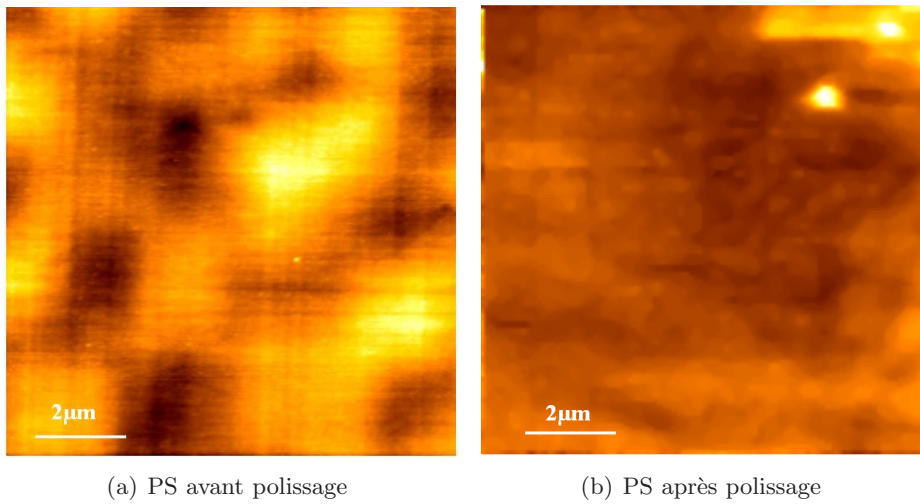


FIG. 1.22: Surface du PS de Ge/Si (001) avant (a) et après (b) polissage (AFM).

Après une étape de polissage mécano-chimique, la rugosité est diminuée à moins de 0,3 nm (figure 1.22 (b)), ce qui est de l'ordre de grandeur de la rugosité d'un substrat de GaAs prêt pour l'épitaxie (*epi-ready*).

Les pseudo-substrats sont ensuite plongés dans une solution de HF dilué, pour graver la fine couche en surface du pseudo-substrat qui a subi le polissage, et rincés dans de l'eau désionisée.

Pour la suite de notre étude, la détermination de la densité de dislocations émergentes à la surface du pseudo-substrat est importante. En effet, ces dislocations peuvent se propager dans la couche de GaAs au moment de l'épitaxie, et sont susceptibles de nuire à la qualité optique des structures.

Pour révéler les dislocations et estimer la densité D_{dislo} de dislocations émergentes de nos pseudo-substrats de Ge/Si, nous avons utilisé la solution de gravure suivante :

HF (40%)	HNO ₃ (69%)	CH ₃ COOH	diiode
5	10	11	30 mg pour 26 mL de solution

TAB. 1.4: Solution de gravure pour la révélation des dislocations à la surface du PS de Ge/Si [50].

On accélère la dissolution des cristaux de diiode dans la solution avec un agitateur magnétique. La solution est prête quand elle a pris une teinte rose foncé (ie environ 15 min après l'introduction des cristaux de I₂).

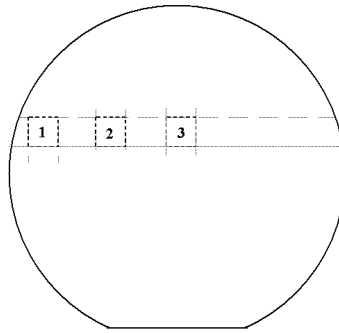


FIG. 1.23: Échantillons pour la révélation des dislocations émergentes à la surface du PS de Ge/Si.

Nous avons prélevé trois échantillons à trois emplacements d'un pseudo-substrat de Ge/Si de 200 mm de diamètre (figure 1.23) : près du bord (1), au milieu (2), et au centre (3). Les échantillons ont été plongés pendant 2 s dans la solution de gravure, puis rincés pendant 1 min à l'eau désionisée. Nous avons ensuite observé les figures d'attaque à la surface des échantillons à l'aide d'un microscope optique.



FIG. 1.24: Exemple de révélation des dislocations émergentes pour l'échantillon centre (3) (microscope optique).

La morphologie de la surface de l'échantillon n°3 (centre) après attaque chimique est présentée sur la figure 1.24. Pour cet échantillon, ainsi que pour les deux autres, la densité de dislocations émergentes est la même et vaut $D_{dislo} = 6 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$. Sur une génération précédente de pseudo-substrats, la densité était plus importante (jusqu'à $3 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$).

1.4.2 Pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si (001) désorienté

Ces substrats sont épitaxiés par épitaxie en phase vapeur assistée par plasma (*Low Energy Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition*, LE-PECVD) au Politecnico di Milano à Comes, en Italie, par Giovanni Isella et Hans von Kaenel. Sur un substrat de Si (001) désorienté de 6° vers $\{111\}$, une couche graduelle de $10\ \mu\text{m}$ de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ est épitaxiée, où la composition x en germanium varie de 0 à 100% en augmentant de 10% tous les microns. Une couche de germanium pur de $1\ \mu\text{m}$ est finalement épitaxiée au-dessus de la couche graduelle (figure 1.25 (a)).

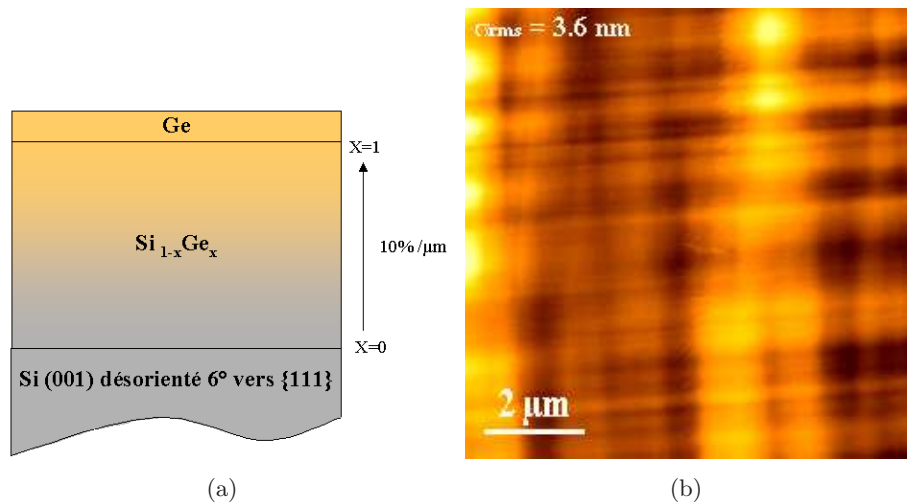


FIG. 1.25: Schéma du pseudo-substrat de Ge/SiGe/Si (a), et image de la surface par AFM (b).

La couche graduelle de SiGe sert à accommoder lentement le désaccord de paramètres de maille entre le germanium et le silicium. La couche de Ge pur permet de se retrouver dans les mêmes conditions structurales que pour les pseudo-substrats de Ge/Si (001). La désorientation initiale du substrat de silicium est conservée lors de l'épitaxie des couches de SiGe et de Ge pur, et servira à empêcher la formation des parois d'inversion. L'image AFM de la surface d'un de ces pseudo-substrats (figure 1.25 (b)) montre qu'il y a une figure de *crosshatch*. Aucune étape de polissage mécano-chimique n'est effectuée après la croissance : la rugosité σ_{rms} vaut 3,6 nm.

Par révélation chimique à l'aide de la solution au diiode, la densité de dislocations émergentes est estimée être de l'ordre de $10^7\ \text{cm}^{-2}$. Cette plus forte densité de dislocations émergentes sur pseudo-substrat graduel par rapport au pseudo-substrat de Ge/Si a été confirmée par une analyse aux rayons X des deux types de substrats, réalisée par Eugen Wintersberger, Julian Stangl, et Gunther Bauer de l'université de Linz (Autriche) dans le cadre du projet Ecopro-SiGe.

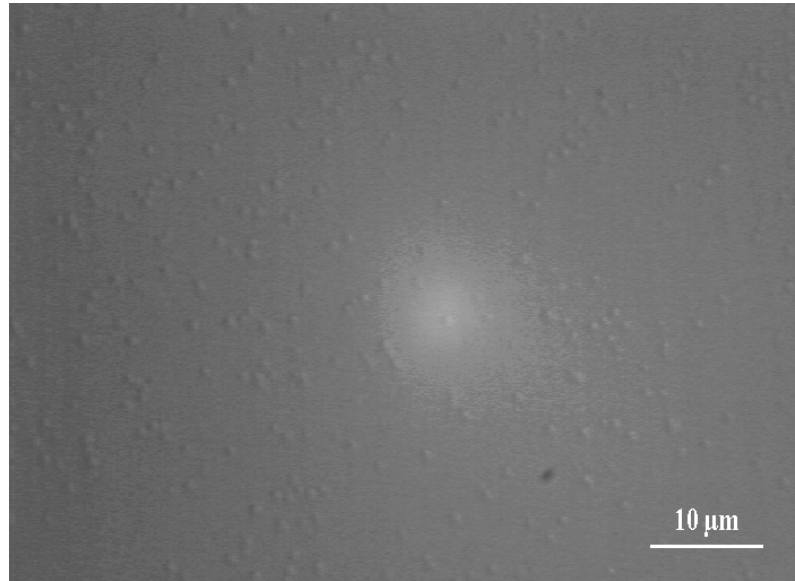


FIG. 1.26: Révélation des dislocations émergentes du PS de Ge/SiGe/Si (microscope optique).

La figure 1.27 représente deux *mappings* de la réflexion (115) pour un pseudo-substrat graduel désorienté (a) et un pseudo-substrat de Ge/Si (b). L'élargissement de la tâche correspondant au pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si confirme que la densité de dislocations émergentes du pseudo-substrat graduel est supérieure à celle sur pseudo-substrat de Ge/Si. On peut de plus constater que le degré de relaxation de la couche de germanium est le même sur les deux types pseudo-substrats.

L'épaisseur totale des couches de Ge et de SiGe est de l'ordre de la dizaine de microns. Le coefficient de dilatation thermique du Ge est très voisin de celui du GaAs. Il est donc environ deux fois plus grand que celui du silicium. Les considérations de la section 1.2.2 sur les épaisseurs critiques d'apparition des fissures sont aussi valables dans le cas du Ge épitaxié sur Si. Ainsi, des fissures peuvent apparaître dans ce pseudo-substrat épais de plusieurs microns, et c'est ce que l'on observe sur la figure 1.28 qui montre une coupe transverse obtenue au microscope électronique en transmission d'un pseudo-substrat graduel. La fissure va de la surface jusque dans la couche graduelle de SiGe.

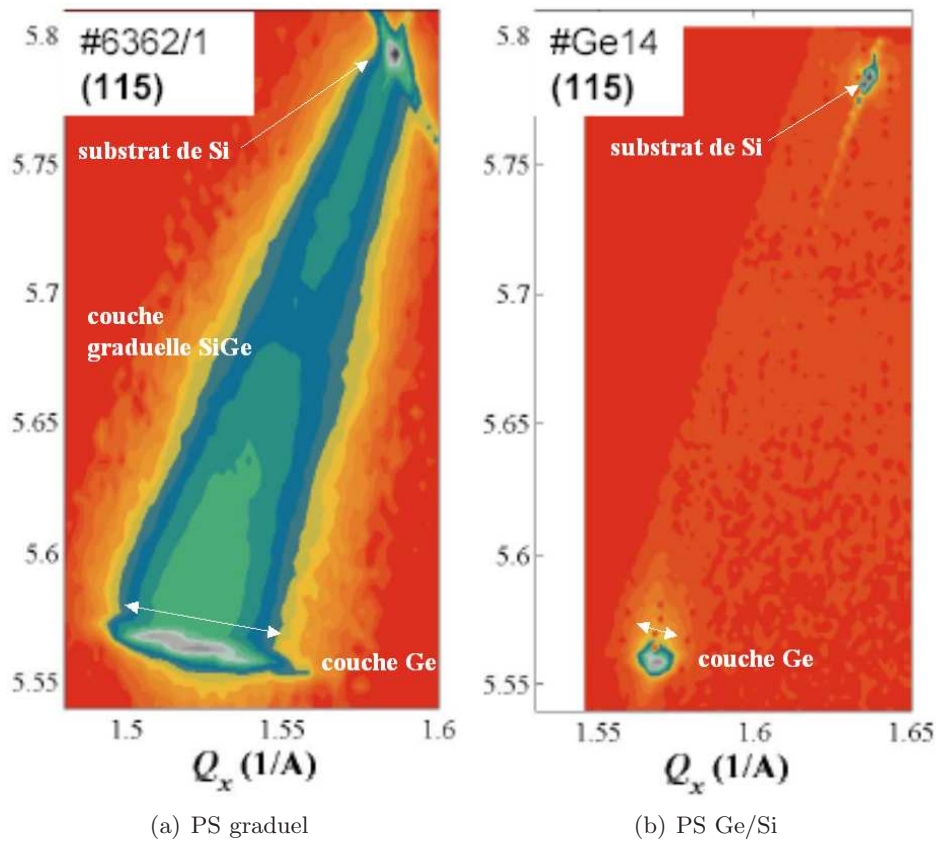


FIG. 1.27: Mappings de la réflexion (115), obtenus par Bauer et al de l'université de Linz dans le cadre du projet Eco-pro-SiGe, pour un pseudo-substrat graduel (a) et un pseudo-substrat de Ge/Si (b). L'élargissement plus grand de la tâche correspondant à la couche de Ge confirme la plus forte densité de dislocations sur le pseudo-substrat graduel.

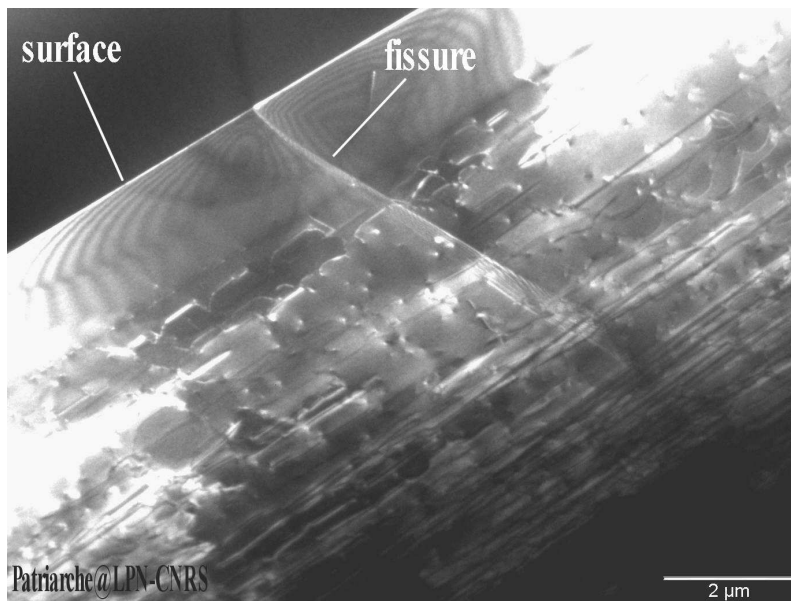


FIG. 1.28: Coupe transverse au MET d'un pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté : présence de fissures dans la couche de Ge et la couche graduelle de SiGe.

Les deux types de pseudo-substrats (le PS de Ge/Si (001) avec une couche de Ge de 1 à 2 μm d'épaisseur, et le PS graduel de Ge/SiGe/Si désorienté) présentent des densités de dislocations (6×10^6 et 10^7cm^{-2} respectivement) inférieures à celle observée sur une couche de GaAs épitaxiée directement sur Si (10^8cm^{-2}). La faible rugosité et l'accord de paramètres de maille entre le Ge et le GaAs font que ces pseudo-substrats de Ge/Si sont de bons candidats pour la croissance de GaAs sur Si. Il faudra dans la suite tenir compte de la différence d'épaisseur entre les deux types de PS : les fissures déjà présentes dans le pseudo-substrat graduel peuvent se propager dans la couche GaAs.

La microélectronique étant basée sur des substrats de silicium orientés exactement suivant le plan (001), pour que l'intégration de GaAs soit compatible avec les circuits intégrés de la microélectronique (par exemple pour des applications dans les interconnexions optiques), l'épitaxie de GaAs doit se faire sur substrat de Si orienté exactement suivant le plan (001). Ainsi, les études visant à intégrer des émetteurs de lumière sur silicium pour les interconnexions optiques devront se faire sur le pseudo-substrat de Ge/Si (001). Le pseudo-substrat graduel désorienté trouvera des applications, par exemple, pour la fabrication de cellules solaires à fort rendement et à coût réduit.

1.4.3 Observation des parois d'inversion dans le GaAs sur PS de Ge/Si

Comme nous venons de l'expliquer nous réaliserons l'épitaxie de GaAs sur silicium via une couche de Ge monocristalline. L'étude se fera sur deux types de substrats : un pseudo-substrat de Ge/Si (001) et un pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté de 6° . Le germanium, comme le silicium, est un matériau non-polaire. L'épitaxie de GaAs sur le germanium peut conduire à la formation de parois d'inversion, de la même manière que sur un substrat de silicium (section 1.2.3). Ainsi, les couches de GaAs épitaxiées sur les pseudo-substrats de Ge/Si orientés suivant le plan (001) présenteront des parois d'inversion. Dans cette section, nous détaillons les trois méthodes (microscopie à force atomique, microscopie électronique en transmission, et révélation par gravure des parois d'inversion – *stain etching*) dont nous nous sommes servi pour détecter la présence des parois d'inversion.

1) Microscopie à force atomique

Le principe de la microscopie à force atomique (*Atomic Force Microscopy* AFM) est décrit à l'annexe A. Les figures 1.29 (a) et (b) montrent des images obtenues par AFM de la surface d'échantillons de 60 nm de GaAs épitaxiés sur PS de Ge/Si, contenant des

domaines d'inversion.

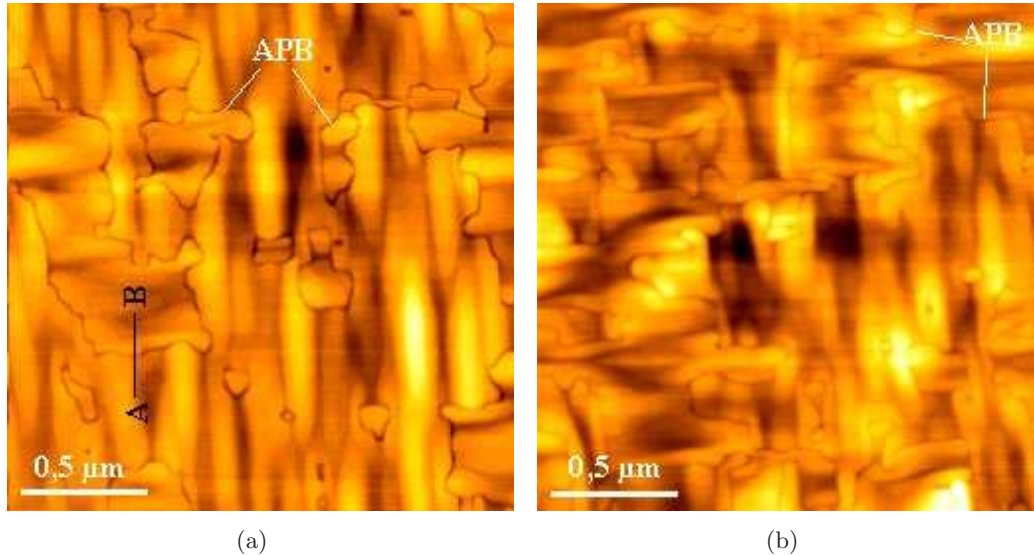


FIG. 1.29: Surfaces d'échantillons de GaAs présentant des parois d'inversion (AFM). La rotation de l'orientation de la rugosité traduit la rotation du cristal de GaAs entre deux domaines d'inversion adjacents.

Les domaines d'inversion sont délimités par les parois d'inversion (APB), lignes sombres sur les images. On remarque une rotation de 90° de l'orientation de la rugosité de surface qui traduit la rotation de 90° du cristal de GaAs entre deux domaines adjacents.

Si l'on revient aux schémas des figures 1.10 et 1.12, la différence de hauteur entre deux domaines adjacents ne devrait pas être supérieure à une monocouche, soit $\frac{1}{4}$ du paramètre de maille (ie 0,14 nm pour GaAs), et ne justifie pas le contraste observé sur l'image AFM.

D'après la coupe (figure 1.30), la paroi d'inversion apparaît comme une dépression de 1,3 nm de profondeur. La figure 1.31 montre l'image AFM de la surface d'un échantillon de $6 \mu\text{m}$ de GaAs épitaxié sur PS de Ge/Si.

Cet échantillon a des parois d'inversion, ligne blanche sur l'image. L'observation des marches atomiques au niveau des parois conforte l'idée d'une dépression : de part et d'autres de la paroi, les marches atomiques s'incurvent pour accommoder la dépression au niveau de la paroi. Cette dépression est probablement due à une vitesse de croissance plus faible au niveau de la paroi qu'à l'intérieur des domaines du fait de la perturbation du réseau de GaAs par les liaisons Ga-Ga et As-As. La profondeur des dépressions augmente pour des épaisseurs épitaxiées plus importantes (12 nm environ pour $6 \mu\text{m}$ de GaAs épitaxié).

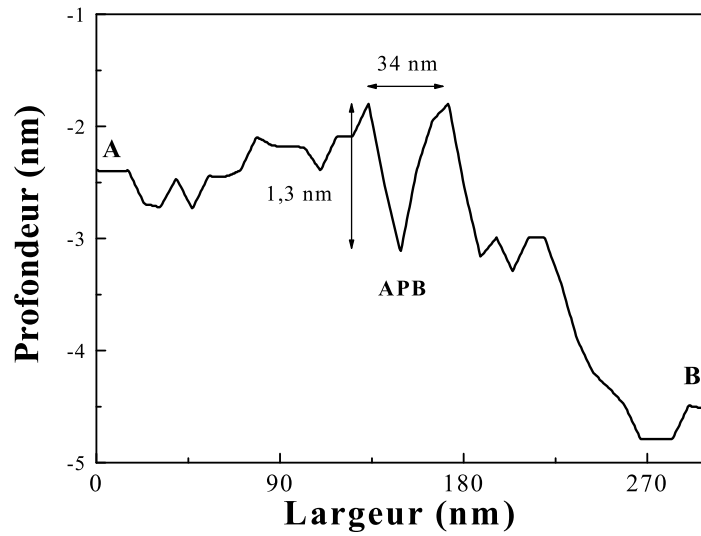


FIG. 1.30: Coupe A-B correspondant à la figure 1.29 (a) (AFM). La dépression de 1,3 nm correspond à la paroi d'inversion.

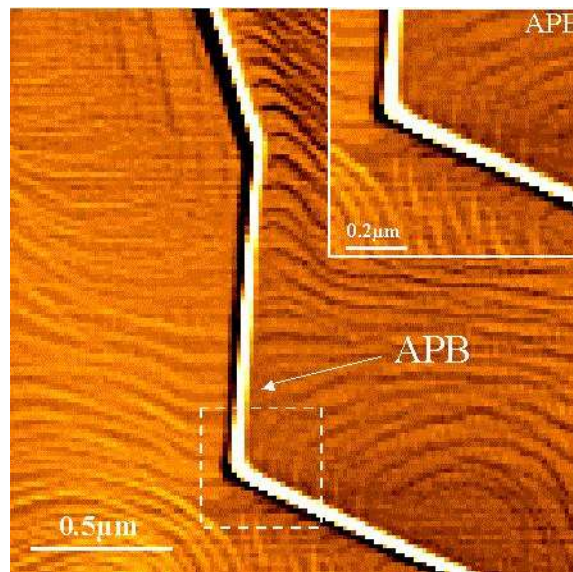


FIG. 1.31: Surface d'un échantillon de 6 μm de GaAs. La courbure des marches atomiques traduit la dépression au niveau de la paroi (AFM).

Le microscope à force atomique est un outil simple et rapide pour détecter la présence de domaines d'inversion et déterminer la longueur de paroi. Toutefois, l'observation des parois d'inversion est rendue possible grâce aux dépressions au niveau de celles-ci. Pour pouvoir détecter les parois, il faut que la dépression soit suffisam-

ment profonde pour être identifiée. Si la surface présente une forte rugosité, la dépression peut ne pas ressortir sur l'image AFM, et la détection des parois devient difficile.

2) Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET) est basée sur la diffraction des électrons à la traversée d'une lame mince (épaisseur de l'ordre de 100 nm) du matériau à analyser. L'intensité du faisceau diffracté dépend du facteur de structure F . La rupture de la symétrie du réseau cristallin au niveau des parois d'inversion modifie le facteur de structure et donne une variation de l'intensité diffractée au niveau des parois [21].

Le facteur de structure est défini comme :

$$F_{hkl} = \sum_{n=Ga,As} f_n e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \quad (1.7)$$

où

f_n est le facteur de diffusion atomique pour les éléments Ga et As

u_n, v_n, w_n sont les coordonnées des atomes de Ga et d'As dans la maille élémentaire

(hkl) est le plan diffractant

L'intensité diffractée est proportionnelle au carré du module du facteur de structure :

$$I \propto |F_{hkl}|^2$$

Dans la structure blende de zinc du GaAs, les coordonnées u_n, v_n, w_n sont :

$$\begin{aligned} (u_{Ga}, v_{Ga}, w_{Ga}) &= (0, 0, 0), \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right), \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \\ (u_{As}, v_{As}, w_{As}) &= \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right), \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right), \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right), \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \end{aligned}$$

En injectant ces valeurs dans la relation (1.7), l'expression du facteur de structure devient :

$$F_{hkl} = \left(f_{Ga} + f_{As} e^{i\frac{\pi}{2}(h+k+l)}\right) \left(1 + e^{i\pi(h+k)} + e^{i\pi(h+l)} + e^{i\pi(k+l)}\right)$$

Pour les réflexions permises, ie h, k , et l de même parité, on arrive à :

$$F_{hkl} = 4 \left(f_{Ga} + f_{As} e^{i\frac{\pi}{2}(h+k+l)}\right)$$

Il y a quatre réflexions permises selon la valeur prise par $h + k + l$. Les différents cas sont consignés dans le tableau 1.5. Inverser les atomes de Ga et d'As au niveau de la paroi d'inversion revient à intervertir f_{Ga} et f_{As} dans le facteur de structure.

Dans le cas 0, $f_{Ga} + f_{As}$ devient $f_{As} + f_{Ga}$, ce qui ne donne aucun changement dans l'amplitude ni la phase, d'où une absence de contraste au niveau de la paroi.

Dans le cas 1, $f_{Ga} + if_{As}$ devient $f_{As} + if_{Ga}$ ce qui ne change pas l'amplitude, mais qui modifie la phase. Le changement de phase donné par $\arctan \frac{f_{Ga}}{f_{As}} - \arctan \frac{f_{As}}{f_{Ga}}$ est très

faible pour le GaAs, f_{As} et f_{Ga} étant proches.

Le cas 2 conduit à un changement de phase de 180° et un fort contraste. C'est dans ces conditions que l'on pourra observer les parois d'inversion.

Le cas 3 est similaire au cas 1, avec un déphasage opposé.

Cas	$h + k + l$	F_{hkl}	Intensité	Déphasage	Contraste
0	$4n$	$4(f_{Ga} + f_{As})$	$16(f_{Ga} + f_{As})^2$	0	0
1	$4n + 1$	$4(f_{Ga} + if_{As})$	$16(f_{Ga}^2 + f_{As}^2)$	$\arctan \frac{f_{Ga}}{f_{As}} - \arctan \frac{f_{As}}{f_{Ga}}$	faible
2	$4n + 2$	$4(f_{Ga} - f_{As})$	$16(f_{Ga} - f_{As})^2$	π	fort
3	$4n + 3$	$4(f_{Ga} - if_{As})$	$16(f_{Ga}^2 + f_{As}^2)$	$\arctan \frac{f_{As}}{f_{Ga}} - \arctan \frac{f_{Ga}}{f_{As}}$	faible

TAB. 1.5: Réflexions permises de la structure du GaAs, et effet de l'inversion entre Ga et As au niveau des parois d'inversion.

Ainsi, pour observer des parois d'orientations différentes, il faut adapter les conditions d'imagerie.

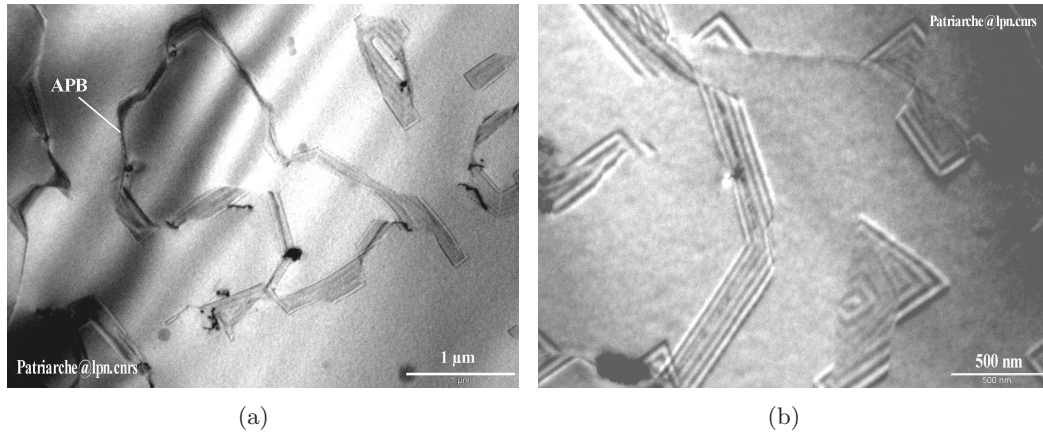


FIG. 1.32: Vue plane au microscope électronique en transmission d'une couche de GaAs, épitaxiée sur PS de Ge/Si (001), présentant des parois d'inversion.

Les parois donnent un fort contraste si les plans (hkl) sont tels que h , k , et l de même parité et $h + k + l = 4n + 2$. En dehors de ces conditions, le contraste devrait être pratiquement nul. Toutefois, pour des conditions d'imagerie autres que celles du cas 2, un système de franges apparaît à la place de la paroi [47]. Ces franges sont dues à l'interférence du faisceau d'électrons après la traversée de la paroi. Il existe une légère distorsion du réseau de GaAs du fait de la différence de force entre les liaisons Ga-Ga et As-As, entraînant un déphasage supplémentaire de $2\pi\vec{g}\vec{R}$, où \vec{g} est le vecteur de diffraction et \vec{R} est le déplacement du réseau. Ramussen [48] a estimé dans le cas de parois selon (110) un déplacement \vec{R} de 0,019 nm suivant [001]. Il n'y a pas extinction totale du contraste au niveau de la paroi du fait de cette distorsion.

Le microscope électronique en transmission permet d'observer la présence de domaines d'inversion et de déterminer la longueur de parois. Toutefois, l'inconvénient de cette méthode est la longue préparation des échantillons avant imagerie. Il faut en effet amincir les échantillons jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de 100 nm.

3) Décoration chimique (*Stain etching*)

La révélation de parois par décoration chimique est basée sur la gravure préférentielle des parois d'inversion par une solution de HF/HNO₃ [47, 49].

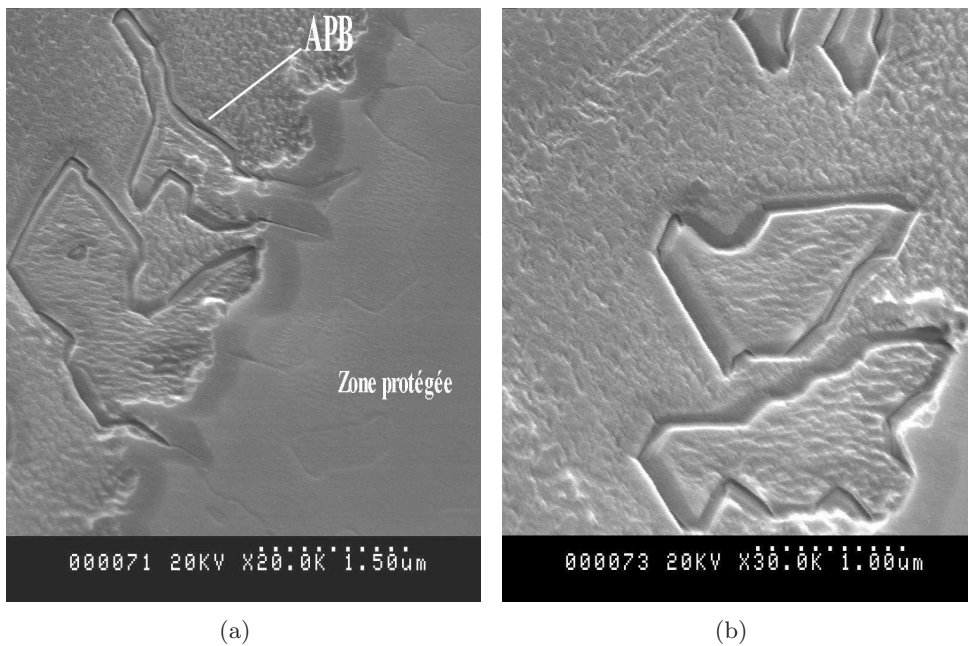


FIG. 1.33: Surface d'un échantillon après révélation des parois d'inversion par décoration chimique (MEB).

Sur la figure 1.33 (a), on peut voir une image obtenue par microscopie électronique à balayage (MEB) de la surface d'un échantillon de GaAs épitaxié sur PS de Ge/Si. L'échantillon a été attaqué par la solution de gravure. La partie droite était protégée par de la cire. Après attaque, la cire est retirée à l'aide de trichloréthylène, d'acétone et d'isopropanol. Sur la partie gauche, on voit nettement les parois d'inversion. On distingue leur prolongement dans la partie protégée, mais elles apparaissent bien moins clairement. Si l'on regarde de plus près la surface gravée (figure 1.33 (b)), on remarque une texturation dont l'orientation tourne à peu près de 90° d'un domaine à l'autre.

La composition de la solution de décoration chimique utilisée dans la suite sera :

La vitesse de gravure de cette solution, estimée au profilomètre, est d'environ 1 nm.s⁻¹, à 20°C.

HF (40%)	HNO ₃ (69%)	H ₂ O
20	1	2

TAB. 1.6: Solution de décoration chimique utilisée.

La détection des domaines d'inversion par décoration chimique est une méthode rapide et simple. L'utilisation du MEB permet de détecter aussi bien les grands que les petits domaines. Cependant, pour avoir un contraste suffisant au MEB, on est obligé de graver une épaisseur minimale de matériau (ici 20 nm).

4) Comparaison des méthodes

Afin de comparer différents matériaux entre eux, il est nécessaire de pouvoir déterminer la longueur totale de parois sur une surface donnée. Les trois méthodes (AFM, MET et la décoration chimique) permettent d'accéder à la longueur de parois. La préparation des échantillons pour le MET étant longue, comme on l'a soulignée plus haut, on écartera cette technique. Reste à choisir entre AFM et décoration chimique. Nous avons comparé les deux techniques sur plusieurs échantillons épitaxiés suivant différentes conditions afin d'obtenir différentes longueurs de parois. La densité de parois D_{APB} déduite des images AFM a été comparée à celle des images MEB (pour la décoration chimique).

Nous définissons la densité de parois d'inversion, D_{APB} , comme étant la longueur totale de parois par unité de surface.

$$D_{APB} = \frac{\text{Longueur totale des parois}}{\text{Surface de l'image}}$$

D_{APB} est exprimée en μm^{-1} .

La figure 1.34 montre les images obtenues par AFM, par observation au MEB après décoration chimique, et par MET, de la surface de l'échantillon Ge173. La vue plane au MET sert de référence pour la vérification de la densité D_{APB} .

Les densités estimées selon les trois techniques sont les suivantes :

	AFM	MEB	MET
$D_{APB} (\mu\text{m}^{-1})$	1,5	1,5	1,9

TAB. 1.7: Estimations de la densité de parois d'inversion par trois techniques (AFM, décoration chimique, et MET) pour un même échantillon.

On constate un bon accord entre AFM, MEB, et MET pour cet échantillon.

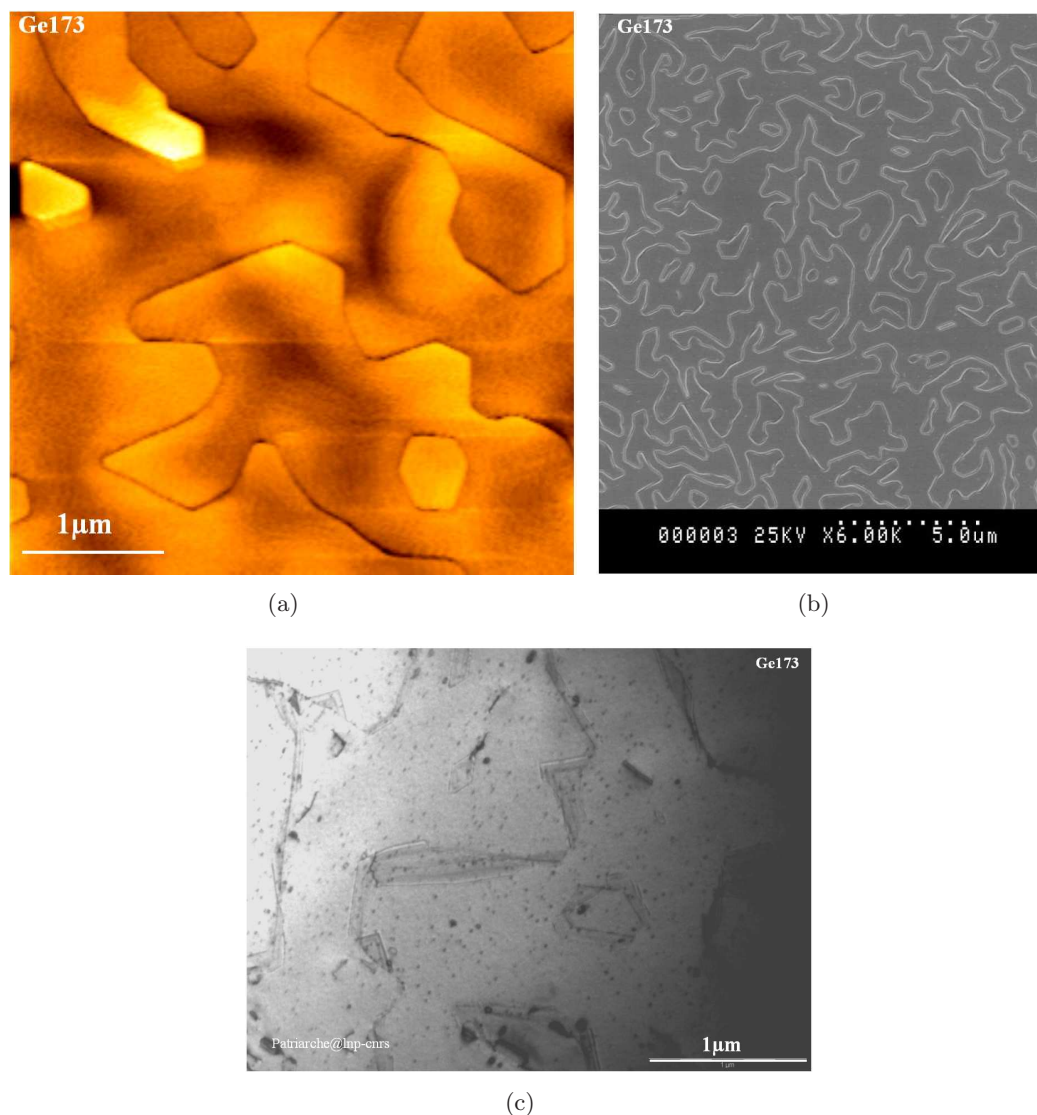


FIG. 1.34: Surface de l'échantillon Ge173 d'après (a) AFM, (b) MEB (décoration chimique), et (c) MET.

La comparaison des densités estimées par AFM et décoration chimique pour différents échantillons est représentée dans le graphique de la figure 1.35. Sur tous les échantillons comparés, les valeurs de densité sont voisines à 10% près en moyenne. Dans la suite, pour la détermination de la densité de parois d'inversion on préférera la décoration chimique à l'AFM, du fait que la rugosité de surface ne perturbe pas la détection des parois, et à cause d'un temps d'acquisition des images un peu plus long pour l'AFM. Cependant, comme on l'a dit dans la description de la décoration chimique, on ne pourra pas utiliser cette méthode pour des épaisseurs inférieures à 20 nm. Dans les cas où l'épaisseur de matériau ne sera pas suffisante, on utilisera alors l'AFM.

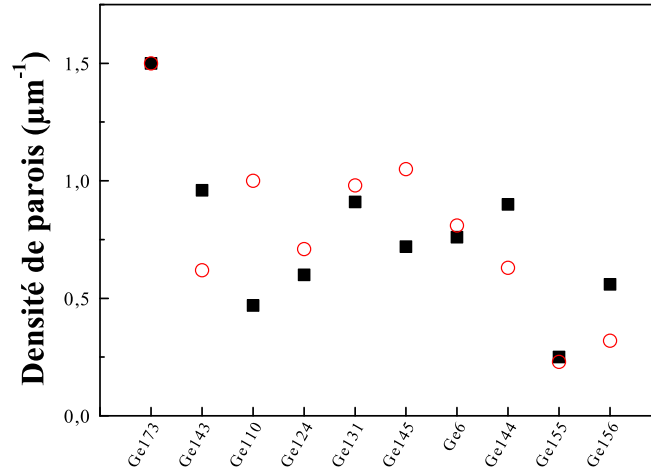


FIG. 1.35: Comparaison entre AFM (■) et décoration chimique (○) sur plusieurs échantillons.

1.5 Conclusion

L'intégration de GaAs sur silicium présente de nombreuses applications, comme des émetteurs de lumière sur silicium pour les interconnexions optiques ou les substrats bas coût pour les cellules solaires. L'épitaxie de GaAs sur silicium, malgré ses difficultés (le désaccord de paramètres de maille entre GaAs et Si qui conduit à de fortes densités de dislocations, la différence de coefficients de dilatation thermique qui peut conduire à l'apparition de fissures dans la couche épitaxiée, et les parois d'inversion, résultant du caractère polaire du GaAs et non polaire du Si, qui sont des pièges pour les porteurs) reste très attrayante. Depuis ces vingt dernières années, les essais de l'intégration monolithique de GaAs sur Si se sont faits directement sur substrats de silicium désorientés. La désorientation du substrat permet de s'affranchir des parois d'inversion, mais le désaccord paramétrique de 4 % entre GaAs et Si conduit à de fortes densités de dislocations (10^8 cm^{-2}).

Notre étude de l'intégration monolithique de GaAs sur Si s'est faite sur pseudo-substrat de Si avec une couche tampon de Ge monocristallin. Nous disposons de deux types de pseudo-substrats : un PS Ge/Si (001) avec une couche de $1 \mu\text{m}$ de Ge, et un PS de Ge/SiGe/Si (001) désorienté de 6° vers {111} avec une couche graduelle de $10 \mu\text{m}$ de SiGe et $1 \mu\text{m}$ de Ge pur. La qualité des couches de germanium des pseudo-substrats (faible rugosité, densité de dislocations réduite $\sim 10^7 \text{ cm}^{-2}$) devrait nous permettre de nous affranchir de la forte densité de dislocations dans le GaAs. Les pseudo-substrats exactement orientés suivant le plan (001) sont, pour des raisons de compatibilité avec les substrats de la microélectronique, dédiés à l'intégration d'émetteurs de lumière sur Si pour les interconnexions optiques. Les pseudo-substrats désorientés sont eux dédiés à l'intégration

de GaAs sur Si, entre autres, pour les cellules solaires à haut rendements et bas coût. Le LPN ne maîtrisant pas la technologie des cellules solaires, ces pseudo-substrats désorientés serviront, dans notre cas, au test de nos structures.

Bibliographie

- [1] J.W. Goodman, F.I. Leonberger, S.-Y. Kung, R.A. Athale
Optical interconnections for VLSI systems
Proc. of the IEEE **72** (7), p850 (1984)
- [2] D.A.B. Miller
Optical interconnects to silicon
IEEE J. Selected Topics in Quant. Electron. **6** (6), p1077 (2000)
- [3] K.C. Saraswat, F. Mohammadi
Effect of scaling of interconnections on the time delay of VLSI circuits
IEEE Trans. Electron. Devices **ED-29** (4), p645 (1982)
- [4] J.D. Meindl, J.A. Davis, P. Zarkesh-Ha, C.S. Patel, K.P. Martin, P.A. Kohl
Interconnect opportunities for gigascale integration
IBM J. Res. and Dev. **46** (2-3), p245 (2002)
- [5] D.A. Tulchinsky, K.J. Williams, A. Pauchard, M. Bitter, Z. PAN, L. Hodge, S.G. Hummel, Y.H. Lo
High-power InGaAs on Si pin RF photodiodes
Electron. Lett. **39** (14), p1084 (2003)
- [6] J.W. Matthews
Defects associated with the accomodation of misfit between crystals
J. Vac. Sci. Technol. **12** (1), p126 (1975)
- [7] S.F. Fang, K. Adomi, S. Iyer, H. Morkoç, H. Zabel, C. Choi, N. Otsuka
Gallium arsenide and other compund semiconductors on silicon
J. Appl. Phys. **68** (7), pR31 (1990)
- [8] R. Fischer, W.T. Masselink, J. Klem, T. Henderson, T.C. McGlenn , M.V. Klein, H. Morkoç, J.H. Mazur, J. Washburn
Growth and properties of GaAs/AlGaAs on nonpolar substrates using molecular beam epitaxy
J. Appl. Phys. **58** (1), p374 (1985)
- [9] N. Otsuka, C. Choi, L.A. Kolodziejwski, R.L. Gunshor, R. Fischer, C.K. Peng, H. Morkoç, Y. Nakamura, S. Nagakura
Study of heteroepitaxial interfaces by atomic resolution electron microscopy
J. Vac. Sci. Technol. B **4** (4), p896 (1986)

- [10] M. Tachikawa, M. Yamaguchi
Film thickness dependence of dislocation density reduction in GaAs on Si substrates
Appl. Phys. Lett. **56** (5), p484 (1990)
- [11] C. Choi, N. Otsuka, G. Munns, R. Houdre, H. Morkoç, S.L. Zhang, D. Levi, M.V. Klein
Effect of in situ and ex situ annealing on dislocations in GaAs on Si substrates
Appl. Phys. Lett. **50** (15), p992 (1987)
- [12] T. Soga, S. Hattori, S. Sakai, M. Takeyasu, M. Umeno
Characterisation of epitaxially grown GaAs on Si substrates with III-V compounds intermediate layers by metalorganic chemical vapour deposition
J. Appl. Phys. **57** (10), p.4578 (1985)
- [13] N. El-Masry, J.C.L. Tarn, T.P. Humphreys, N. Hamaguchi, N.H. Karam, S.M. Bedair
Effectiveness of strained-layer superlattices in reducing defects in GaAs epilayers grown on silicon substrates
Appl. Phys. Lett. **51** (20), p1608 (1987)
- [14] G. Brémond, H. Said, T. Benyattou, G. Guillot, J. Meddeb, M. Pitaval, N. Draidia, R. Azoulay
Characterization of the GaAs/Si material grown by MOCVD for light emitting diodes
Mat. Sci. Eng. B **9** (1-3), p143 (1991)
- [15] D. Pribat, V. Provendier, M. Dupuy, P. Legagneux, C. Collet
Defect filtering in GaAs on Si by conformal growth
Jap. J. Appl. Phys. **30** (3B), pL431 (1991)
- [16] D. Pribat, B. Gérard, M. Dupuy, P. Legagneux
High quality GaAs on Si by conformal growth
Appl. Phys. Lett. **60** (17), p2144 (1992)
- [17] V.K. Yang, M. Groenert, C.W. Leitz, A.J. Pitera, M.T. Currie, E.A. Fitzgerald
Crack formation in GaAs heteroepitaxial films on Si and SiGe virtual substrates
J. Appl. Phys. **93** (7), p3859 (2003)
- [18] R.T. Murray, C.J. Kiely, M. Hopkinson
General characteristics of crack arrays in epilayers grown under tensile strain
Semicond. Sci. Technol. **15**, p325 (2000)
- [19] R.T. Murray, C.J. Kiely, M. Hopkinson
Crack formation in III-V epilayers grown under tensile strain on InP (001) substrates
Phil. Mag. A **74** (2), p383 (1996)
- [20] C. Messmer, J.C. Bilello
The surface energy of Si, GaAs, and GaP
J. Appl. Phys. **52** (7), p4623 (1981)
- [21] D.B. Holt
Antiphase boundaries in semiconducting compounds
J. Phys. Chem. Solids **30**, p1297 (1969)

- [22] D. Vanderbilt, C. Lee
Energetics of antiphase boundaries in GaAs
Phys. Rev. B **45** (19), p11192 (1992)
- [23] P.M. Petroff
Nucleation and growth of GaAs on Ge and the structure of antiphase boundaries
J. Vac. Sci. Technol. B **4** (4), p874 (1986)
- [24] D.B. Holt
Misfit dislocations in semiconductors
J. Phys. Chem. Solids **27**, p1053 (1966)
- [25] Y. Li, L.J. Giling
A closer study on the self-annihilation of antiphase boundaries in GaAs epilayers
J. Cryst. Growth **163**, p203 (1996)
- [26] H. Kroemer
Polar-on-nonpolar epitaxy
J. Cryst. Growth **81**, p193 (1987)
- [27] S.L. Wright, M. Inada, H. Kroemer
Polar-on-nonpolar epitaxy : sublattice ordering in the nucleation and growth of GaP on Si (211)
J. Vac. Sci. Technol. **21** (2), p534 (1982)
- [28] P.N. Uppal, H. Kroemer
Molecular beam epitaxial growth of GaAs on Si (211)
J. Appl. Phys. **58** (6), p2195 (1985)
- [29] D.A.B. Miller
Dense two-dimensional integration of optoelectronics and electronics for interconnections
Heterogeneous Integration : Systems on a Chip
Husain and Fallahi Eds., Bellingham, p80 (1998)
- [30] E.M. Davis, W.E. Harding, R.S. Schwartz, J.J. Corning
Solid Logic Technology : versatile, high performance microelectronics
IBM J. Res. and Dev. **8** (2), p102 (1964)
- [31] P.A. Totta, R.P. Sopher
SLT device metallurgy and its monolithic extension
IBM J. Res. and Dev. **13** (3), p226 (1969)
- [32] J.M. London, A.H. Loomis, J.F. Ahadian, C.G. Fonstad
Preparation of silicon on gallium arsenide wafers for monolithic optoelectronic integration
IEEE Photon. Tech. Lett. **11** (8), p958 (1999)

- [33] J. De Boeck, G. Borghs
III-V on Si : heteroepitaxy versus lift-off techniques
J. Cryst. Growth **127**, p85 (1993)
- [34] A. Georgakilas, G. Deligeorgis, E. Aperathitis, D. Cengher, Z. Hatzopoulos, M. Alexe, V. Dragoi, U. Gösele, E.D. Kyriakis-Bitzaros, K. Minoglou, G. Halkias
Wafer-scale integration of GaAs optoelectronic devices with standard Si integrated circuits using low-temperature bonding procedure
Appl. Phys. Lett. **81** (27), p5099 (2002)
- [35] R.H. Horng, D.S. Wu
Wafer bonded 850 nm vertical cavity surface emitting lasers on Si substrate with metal mirror
Jap. J. Appl. Phys. **41** Part. 1 (9), p5849 (2002)
- [36] D. Cengher, Z. Hatzopoulos, S. Gallis, G. Deligeorgis, E. Aperathitis, M. Androulidaki, M. Alexe, V. Dragoi, E.D. Kyriakis-Bitzaros, G. Halkias, A. Georgakilas
Fabrication of GaAs laser diodes on Si using low-temperature bonding of MBE-grown GaAs wafers with Si wafers
J. Cryst. Growth **251** (1-4), p754 (2003)
- [37] Y. Shinoda, T. Nishioka, Y. Ohmachi
GaAs light emitting diodes fabricated on SiO₂/Si wafers
Jap. J. Appl. Phys. **22** (7), pL450 (1983)
- [38] R. M. Fletcher, D. K. Wagner, J. M. Ballantyne
GaAs light-emitting diodes fabricated on Ge-coated Si substrates
Appl. Phys. Lett. **44** (10), p967 (1984)
- [39] T. H. Windhorn, G. M. Metzger, B.-Y. Tsaur, J. C. C. Fan
AlGaAs double-heterostructure diode lasers fabricated on a monolithic GaAs/Si substrate
Appl. Phys. Lett. **45** (4), p309 (1984)
- [40] D. G. Deppe, N. Holonyak, D. W. Nam, K. C. Hsieh, G. S. Jackson, R. J. Matyl, H. Shichijo, J. E. Epler, H. F. Chung
Room-temperature continuous operation of p-n Al_xGa_{1-x}As-GaAs quantum well heterostructure laser grown on Si
Appl. Phys. Lett. **51** (9), p637 (1987)
- [41] H. K. Choi, C. A. Wang, N. H. Karam
GaAs-based diode lasers on Si with increased lifetime obtained by using strained InGaAs active layer
Appl. Phys. Lett. **59** (21), p2634 (1991)
- [42] R. G. Waters, D. P. Bour, S. L. Yellen, N. F. Ruggieri
Inhibited dark-line defect formation in strained InGaAs/AlGaAs quantum well lasers
IEEE Photon. Techn. Lett. **2** (8), p531 (1990)

- [43] Y. Hasegawa, T. Egawa, T. Jimbo, M. Umeno
AlGaAs/GaAs light-emitting diode on a Si substrate with a self-formed GaAs islands active region grown by droplet epitaxy
Appl. Phys. Lett. **68** (4), p523 (1996)
- [44] K. K. Linder, J. Phillips, O. Qasaimeh, X. F. Liu, S. Krishna, P. Bhattacharya
Self-organized In_{0.4}Ga_{0.6}As quantum-dot lasers grown on Si substrates
Appl. Phys. Lett. **74** (10), p1355 (1999)
- [45] R. Lohonka, G. Vanderschaeve, J. Kratochvíl
Modelling of plastic behaviour of compound semiconductors : from simple glide to multiglide
J. Phys. Condens. Matter **14**, p.12975 (2002)
- [46] I. Yonenaga, K. Sumino
Dislocation velocity in GeSi alloy
Appl. Phys. Lett. **69** (9), p.1264 (1996)
- [47] A. Georgakilas, J. Stoemenos, K. Tsagaraki, Ph. Komninou, N. Flevaris, P. Panayotatos, A. Christou
Generation and annihilation of antiphase domain boundaries in GaAs on Si grown by molecular beam epitaxy
J. Mat. Res. **8** (8), p1908 (1993)
- [48] D.R. Ramussen, S. McKernan, C.B. Carter
A quantitative analysis of strong-beam α fringes from {110} antiphase boundaries
Phil. Mag. A **63** (6), p1299 (1991)
- [49] S.N.G. Chu, S. Nakahara, S.J. Pearton, T. Boone, S.M. Vernon
Antiphase domains in GaAs grown by metalorganic chemical vapor deposition on silicon-on-insulator
J. Appl. Phys. **64** (6), p2981 (1988)
- [50] D.P. Malta, J.B. Posthill, R.J. Markunas, T.P. Humphreys
Low-defect density germanium on silicon obtained by a novel growth phenomenon
Appl. Phys. Lett. **60** (7), p844 (1992)

Chapitre 2

Épitaxie de GaAs sur pseudo-substrat de Ge/Si (001)

Comme nous l'avons précisé au chapitre 1, depuis la première tentative d'intégration monolithique de GaAs sur Si par Shinoda en 1983, les recherches se sont orientées vers l'épitaxie de GaAs sur substrat de silicium (001) désorienté de quelques degrés. Cette désorientation évite la formation des parois d'inversion et améliore grandement les propriétés du matériau épitaxié. Toutefois, les substrats désorientés ne sont pas compatibles avec l'industrie de la microélectronique sur silicium, entièrement basée sur des substrats exactement orientés selon le plan (001). Pour cette raison nous avons décidé d'utiliser des substrats orientés (001). Dans cette étude, l'épitaxie du GaAs est réalisée par EPVOM sur le pseudo-substrat de Ge/Si exactement orienté suivant (001) épitaxié par ST Microelectronics. Dans une première partie, nous étudierons la reprise d'épitaxie suivant la méthode standard en EPVOM, et nous mettrons en avant l'intérêt de l'introduction d'une méthode originale de croissance (l'épitaxie par couche atomique) au début de la croissance. Dans une seconde partie, nous regarderons les effets des paramètres (nombre de cycles du super-réseau, température, flux et temps de triméthylgallium, et épaisseur de la couche de GaAs basse température après le super-réseau) de l'épitaxie par couche atomique sur la rugosité, la densité de dislocations émergentes, et les parois d'inversion dans le GaAs.

2.1 Intérêt de l'épitaxie par couche atomique

Dans cette section, après avoir présenté le principe général de la croissance de GaAs par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques, nous nous intéresserons à la reprise de l'épitaxie de GaAs sur les pseudo-substrats de Ge/Si exactement orientés (001). Nous décrirons notamment le résultat des croissances conventionnelles à haute et basse température, et nous introduirons la technique de l'épitaxie par couche atomique en début de croissance.

2.1.1 Croissance par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM) [1–4]

La méthode utilisée pour la croissance de nos échantillons est l'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (*Metal-Organic Vapour Phase Epitaxy* MOVPE, ou *Metal-Organic Chemical Vapour Deposition* MOCVD). Avec cette technique de croissance, les atomes constituant le cristal sont transportés par des molécules en phase gazeuse. Dans notre cas, pour la croissance de composés III-V comme le GaAs, les atomes de Ga sont apportés par le triméthylgallium (TMGa), un organométallique de formule brute $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$, et les atomes d'As sont fournis par l'arsine AsH_3 . Les autres atomes, aluminium et indium, sont apportés par les organométalliques triméthylaluminium (TMAI) et triméthylindium (TMIn).

Cette méthode de croissance est dite en phase gazeuse, par opposition à d'autres techniques comme la croissance en phase liquide (*Liquid Phase Epitaxy* LPE) où les atomes formant le cristal sont apportés via une phase liquide.

Notre bâti d'épitaxie est du type vertical. Le réacteur est sous une pression constante de 60 Torr ($7,9 \times 10^3$ Pa). Les précurseurs, ie les molécules de TMGa et d' AsH_3 , sont transportés dans le réacteur par du di-hydrogène (figure 2.1). Le TMGa est conditionné sous forme liquide dans un bulleur : le di-hydrogène barbote dans le TMGa liquide, et le di-hydrogène chargé de TMGa est ensuite envoyé dans le réacteur. L'arsine est injectée directement sous forme gazeuse dans le réacteur.

Le substrat est posé sur un suscepteur en molybdène qui tourne pendant l'étape de

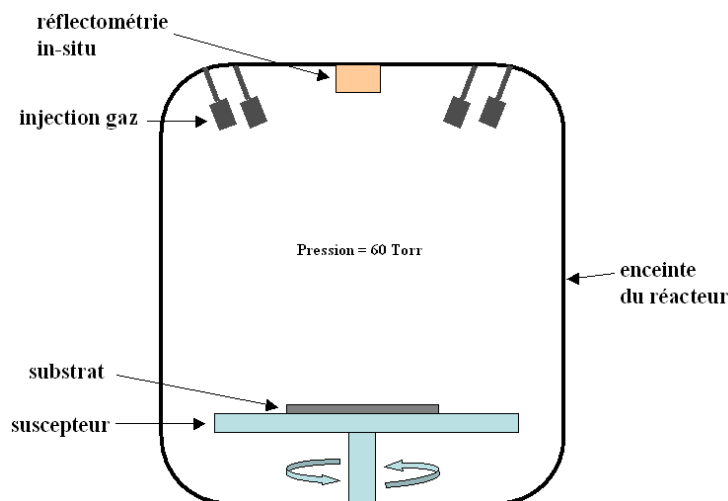


FIG. 2.1: Schéma du réacteur de l'EPVOM.

croissance à $1400 \text{ tr. min}^{-1}$. La rotation du substrat pendant la croissance permet d'obtenir une plus grande homogénéité d'épaisseur et de composition. En EPVOM, seul le suscepteur est chauffé et les parois du réacteur sont froides. Notre réacteur est équipé d'un

système de suivi in-situ de la croissance par réflectométrie ¹.

La croissance par EPVOM repose sur le transport des précurseurs sous forme gazeuse vers le substrat, qui réagissent ensuite pour se déposer sur le substrat. La croissance se déroule schématiquement en trois étapes (figure 2.2).

Diffusion vers le substrat Les molécules diffusent de la phase gazeuse vers le substrat du fait de la déplétion en précurseurs à l'interface phase gazeuse-phase solide.

Pyrolyse des précurseurs Au niveau de la surface de l'échantillon porté à haute température, dans une zone dénommée couche limite, les molécules de précurseurs subissent une pyrolyse (dans le cas du TMGa, un ou plusieurs groupements méthyle se séparent).

Adsorption et incorporation à la surface du substrat Les radicaux métalliques s'adsorbent à la surface de l'échantillon, et diffusent en surface avant de s'incorporer au cristal.

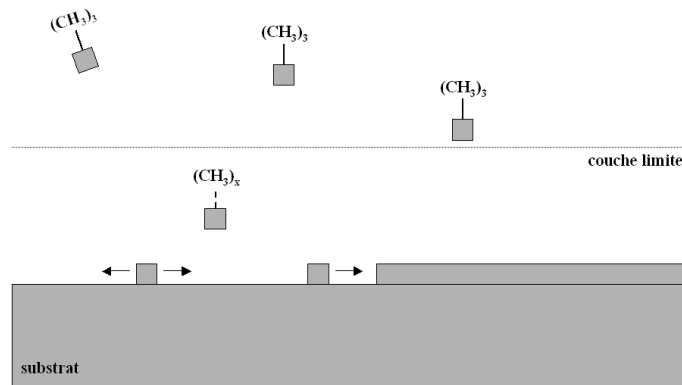


FIG. 2.2: Schématisation de la croissance par EPVOM : diffusion des précurseurs vers le substrat, pyrolyse des molécules, adsorption et incorporation des radicaux métalliques.

La croissance peut être divisée en trois régimes, en fonction de la température (figure 2.3).

Zone 1 : $T < 550^{\circ}\text{C}$. Dans cette zone, la vitesse de croissance augmente quand la température augmente. En effet, la croissance est limitée par les réactions de pyrolyse des molécules de précurseurs qui ne sont pas totales à basse température.

Zone 2 : $550^{\circ}\text{C} < T < 750^{\circ}\text{C}$. Dans cette gamme de température, la vitesse de croissance reste à peu près constante. La croissance est limitée par la diffusion des espèces vers la surface du substrat. Dans ce cas, la vitesse de croissance peut être fixée par le flux incident de précurseurs. La croissance standard de GaAs se fait dans cette gamme de température.

¹Le principe de fonctionnement de la réflectométrie in-situ est détaillé à l'annexe D.

Zone 3 : $T > 750^\circ\text{C}$. Au-delà de 750°C , la vitesse de croissance diminue quand la température augmente. Cela résulte de la désorption des espèces adsorbées à la surface de l'échantillon.

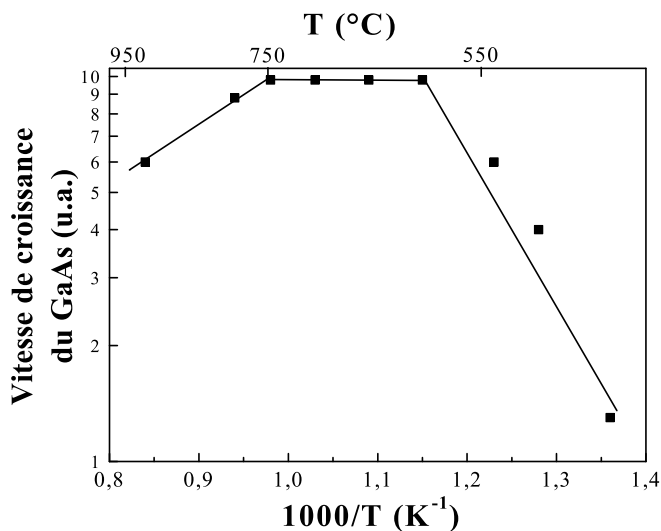


FIG. 2.3: Représentation des différents régimes de la croissance par EPVOM.

La croissance par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques est une méthode bien adaptée à notre étude. En effet, elle permet d'avoir des couches cristallines de grande pureté avec des interfaces abruptes. Elle présente les mêmes avantages que l'épitaxie par jets moléculaires (EJM) (*Molecular Beam Epitaxy* MBE), technique de croissance sous ultra-vide (*Ultra-High Vacuum* UHV). Toutefois, la plus grande vitesse de croissance de l'EPVOM la rend mieux adaptée aux applications industrielles. D'autre part, l'utilisation de précurseurs gazeux rend cette technique appropriée à l'épitaxie sélective localisée.

2.1.2 Méthode conventionnelle à haute température

La séquence de croissance du GaAs dans les conditions standard de l'EPVOM est décrite dans la figure 2.4.

Toutes les étapes suivantes sont réalisées sous flux d'arsine, afin de stabiliser la surface. Après une montée en température de la température ambiante à 700°C , l'oxyde présent en surface du pseudo-substrat est réduit et désorbé durant le palier à 700°C pendant 10 min. Ensuite, la température est diminuée jusqu'à la température de croissance $T_{croiss} = 650^\circ\text{C}$. La croissance du GaAs haute température (HT) est ensuite réalisée.

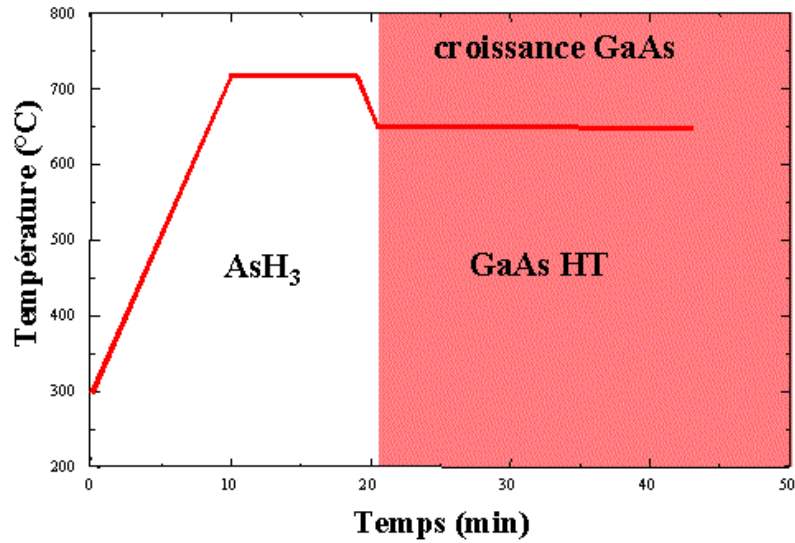


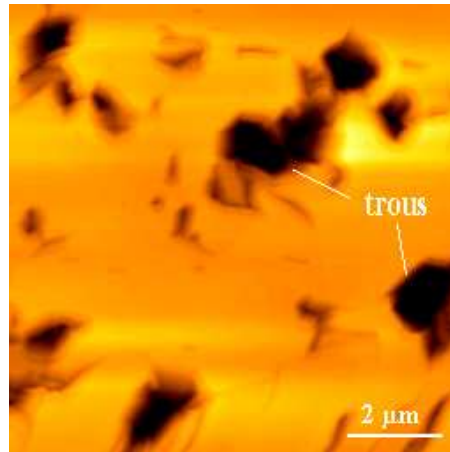
FIG. 2.4: Séquence de croissance conventionnelle en EPVOM, à haute température.

Dans les conditions standard de croissance par EPVOM ($P = 7,9 \times 10^3$ Pa, soit 60 Torr, et $T_{croiss} = 650^\circ\text{C}$), nous avons épitaxié une couche de GaAs $1,1 \mu\text{m}$ sur le PS de Ge/Si (échantillon Ge5). Nous avons observé la surface de l'échantillon par AFM et MEB.

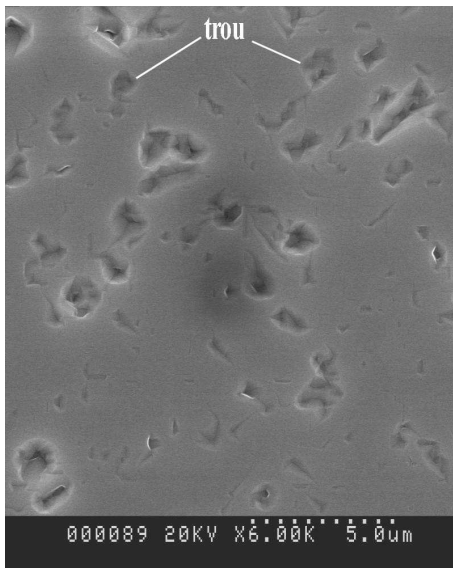
La figure 2.5 (a) montre la surface de Ge5 observée par microscope à force atomique. Sur l'image, on aperçoit des trous (zones sombres). En faisant une coupe sur l'image (figure 2.6), on voit que les trous ont une profondeur allant jusqu'à 400 nm. La rugosité σ_{rms} vaut 85 nm.

Sur les images MEB (figures 2.5 (b) et (c)), on retrouve les trous observés à l'AFM. Après révélation par décoration chimique, on détecte la présence de parois d'inversion. Remarque : les parois d'inversion n'étaient pas visibles sur les images AFM du fait de la trop forte rugosité de surface. On voit ici l'intérêt d'utiliser la décoration chimique pour l'observation des parois en présence d'une forte rugosité de surface.

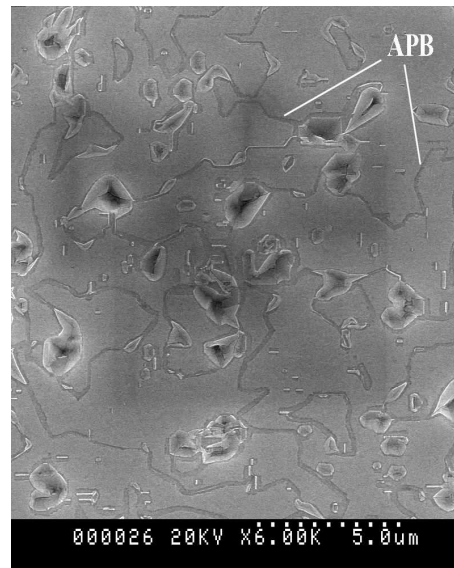
La présence de trous est attribuée à des traces d'oxyde en surface. En effet, on suspecte que de l'oxyde était toujours présent à la surface du pseudo-substrat, malgré l'étape de désoxydation à 700°C sous arsine. A la température de croissance de 650°C , les atomes « collent » moins bien sur l'oxyde que sur la surface de Ge (c'est le principe de l'épitaxie sélective). De plus, à haute température, la vitesse de croissance latérale du GaAs est réduite [5,6]. Ainsi, le GaAs ne croît pas sur les zones mal désoxydées, ce qui conduit à la formation des trous observés.



(a)



(b)



(c)

FIG. 2.5: Surface de l'échantillon Ge5 : AFM (a), MEB (b), et au MEB après révélation des APB par décoration chimique (c). La surface de l'échantillon présente des trous et des parois d'inversion.

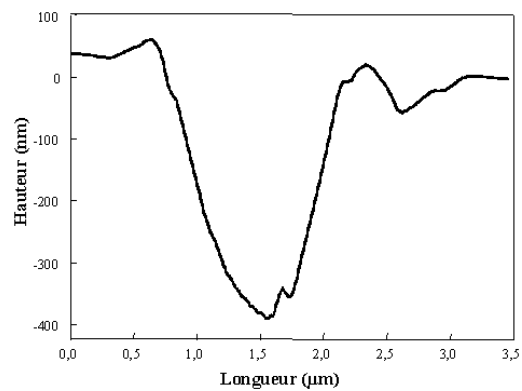


FIG. 2.6: Coupe au niveau d'un trou de l'échantillon Ge5 (AFM).

L'utilisation des conditions standard de l'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (croissance à haute température) n'aboutit pas à un matériau de bonne qualité. En effet, on observe à la fois des trous à la surface et des parois d'inversion.

2.1.3 Méthode conventionnelle à basse température

Comme nous venons de le voir, quand l'épitaxie du GaAs est réalisée à haute température, la surface du GaAs est parsemée de trous. Nous avons étudié la morphologie d'une couche de GaAs épitaxiée à basse température (BT) (450 °C). La séquence de croissance est celle décrite figure 2.7.

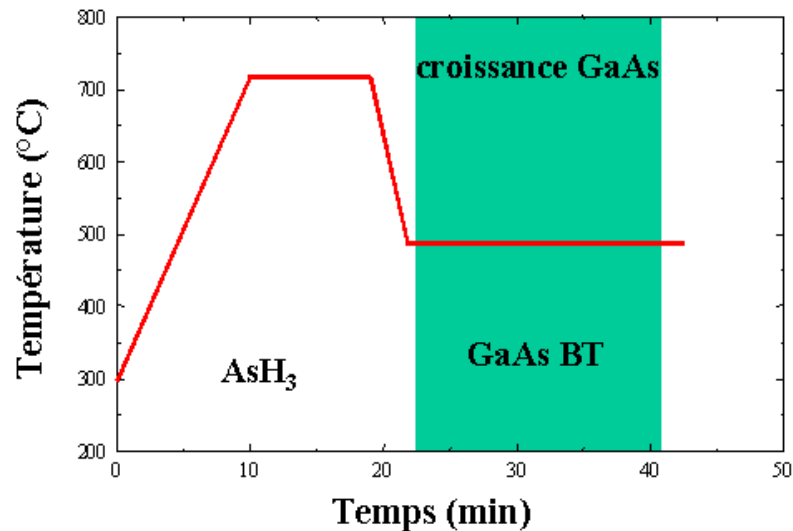


FIG. 2.7: Séquence de croissance conventionnelle en EPVOM, à basse température.

Cette fois, après le palier à 700 °C sous arsine, la température est réduite jusqu'à $T_{croiss} = 450$ °C, et une couche de 60 nm de GaAs est épitaxiée (échantillon Ge183b). De même que précédemment, nous avons observé la surface de l'échantillon Ge183b à l'AFM et au MEB après révélation des parois d'inversion (figures 2.8 (a) et (b)).

On remarque que les trous ont disparu de la surface. La rugosité est de 0,5 nm. La révélation des parois montrent que les domaines sont très nombreux et petits.

A basse température, la vitesse de croissance latérale du GaAs est grande [5, 6], ce qui permet cette fois de lisser la surface même s'il y a des traces d'oxyde à la surface du pseudo-substrat. La formation des trous est ainsi évitée. Par contre, étant donné que la croissance est réalisée à basse température, la longueur de diffusion des atomes en surface est diminuée. Ceci implique que les domaines d'inversion sont plus petits, et donc plus nombreux.

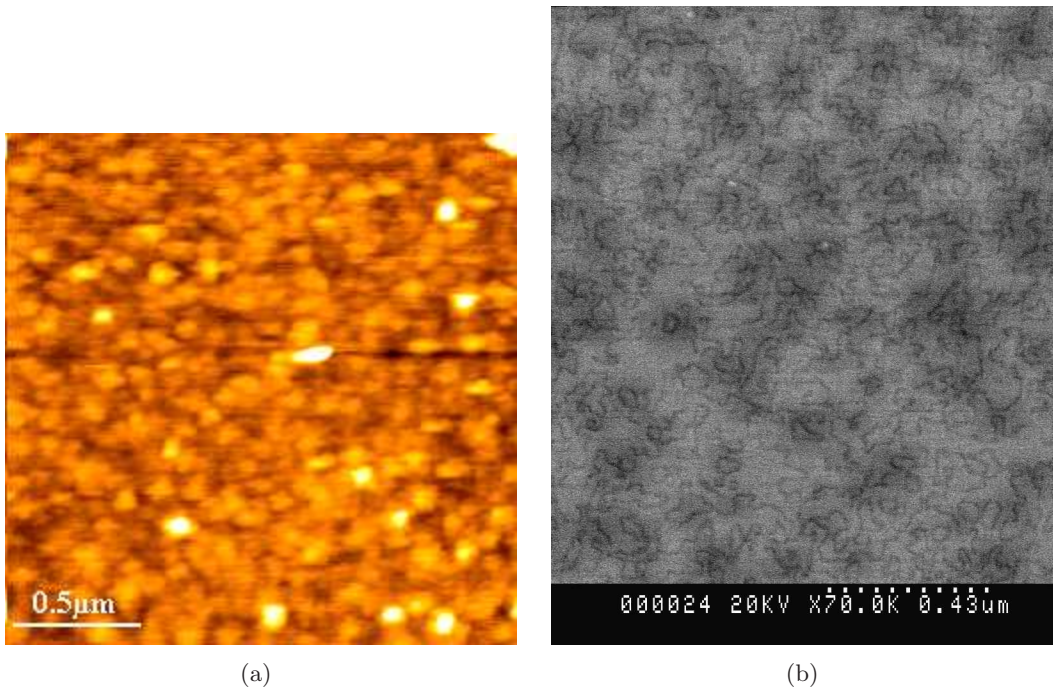


FIG. 2.8: Surface de l'échantillon Ge183b : AFM (a), et au MEB après révélation des APB par décoration chimique (b). Les trous ont disparu, mais l'échantillon contient une forte densité de parois d'inversion.

L'épitaxie du GaAs à basse température permet d'obtenir une rugosité de surface plus faible en supprimant les trous. Cependant, les domaines d'inversion étant petits et nombreux, la longueur totale de parois est grande : le matériau tel quel n'est pas utilisable pour la réalisation d'émetteurs de lumière. Il faut diminuer la densité de parois.

2.1.4 Epitaxie par couche atomique (ALE)

Les reprises de croissance conventionnelles à haute et basse températures ne conduisent pas à des couches de GaAs avec une morphologie satisfaisante (forte rugosité, forte densité de parois d'inversion). Dans cette section, nous montrons que l'introduction d'un super-réseau de GaAs par épitaxie par couche atomique au début de la croissance permet d'améliorer la couche de GaAs épitaxiée sur le pseudo-substrat de Ge/Si (001). Après une description du principe de l'épitaxie par couche atomique, nous présentons les résultats obtenus (notamment la réduction de la densité de parois d'inversion à basse température) lors de l'utilisation de cette technique en début de croissance.

1) Principe de l'épitaxie par couche atomique

La croissance conventionnelle par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques a été décrite dans la section 2.1.1. Elle consiste à envoyer à la surface du substrat un flux de précurseurs (pour le GaAs, il s'agit de TMGa et d'AsH₃). Au niveau de la couche limite, il y a pyrolyse des molécules de précurseurs, et adsorption de Ga et d'As à la surface du substrat.

La technique de l'épitaxie par couche atomique (*Atomic Layer Epitaxy, Migration Enhanced Epitaxy*, ou encore *Flow-rate Modulation Epitaxy*) est un peu différente. Au lieu d'envoyer simultanément les précurseurs, ils sont envoyés alternativement [7]. Il en résulte, à la surface du substrat, une plus grande longueur de diffusion des atomes, qui ne réagissent pas entre eux contrairement au cas de l'épitaxie standard. Les figures 2.9 et 2.10 illustrent les différentes étapes de l'épitaxie par couche atomique.

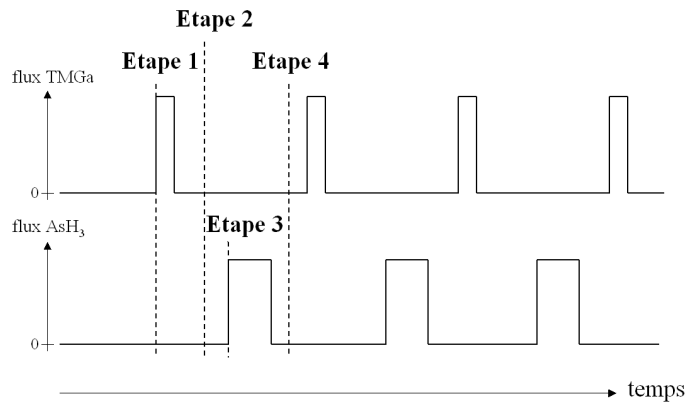


FIG. 2.9: Chronogramme montrant l'alternance des flux de précurseurs dans l'épitaxie par couche atomique.

Etape 1 : pulse de TMGa. La première étape de l'épitaxie par couche atomique consiste à envoyer un pulse de TMGa. Les molécules qui arrivent à la surface sont de la forme $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$, avec $0 \leq x \leq 3$ selon la température de croissance. Ces molécules vont diffuser à la surface du substrat (figure 2.10 (a)). Si la surface est totalement recouverte par les molécules $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$, les molécules supplémentaires ne vont pas pouvoir s'adsorber du fait soit de l'encombrement stérique soit de l'adsorption sélective ($\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$ ne s'adsorbera pas sur $\text{Ga}(\text{CH}_3)$ par exemple) [8]. Elles vont rester dans la phase gazeuse.

Etape 2 : purge 1. Le gaz vecteur est envoyé dans le réacteur. Cette étape sert de purge. Les molécules de $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$ qui ne sont pas adsorbées à la surface durant l'étape 1 sont évacuées afin d'éviter toute réaction avec l'arsine de l'étape suivante.

Etape 3 : pulse d'AsH₃. Un pulse d'arsine est envoyé sur l'échantillon. L'arsine va réagir avec les molécules adsorbées (figure 2.10 (b))

Etape 4 : purge 2. Le gaz vecteur est envoyé seul pour éliminer les produits de la réaction de l'étape 3 entre arsine et $Ga(CH_3)_x$ adsorbées (figure 2.10 (c)).

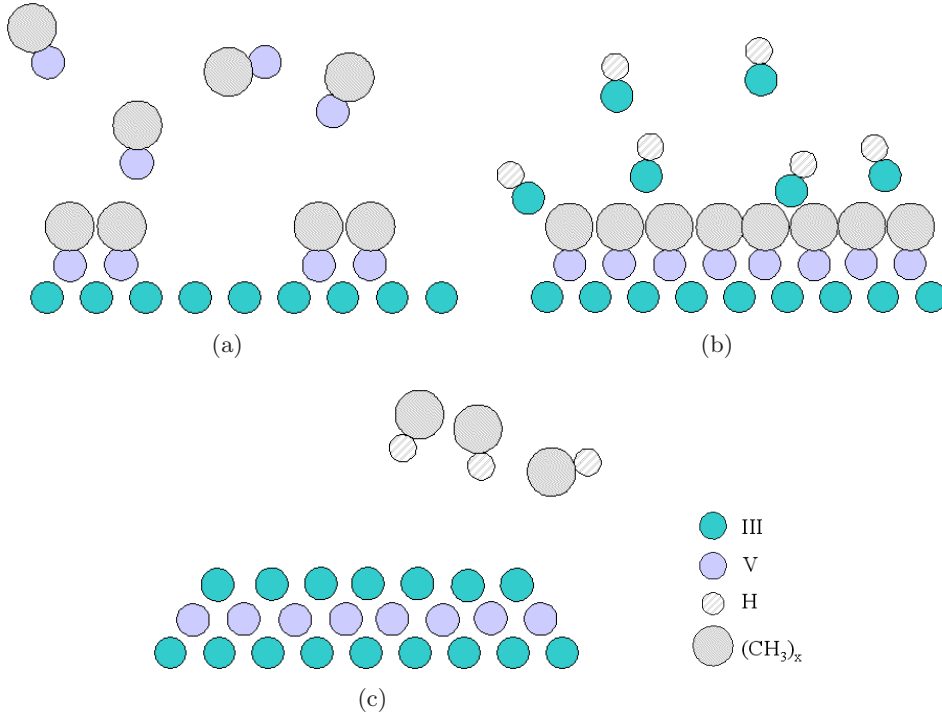
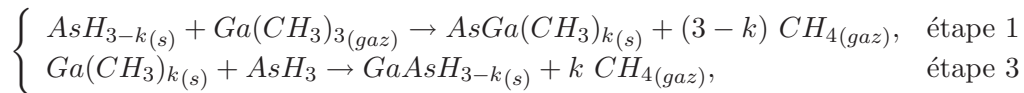


FIG. 2.10: Schématisation de l'épitaxie par couche atomique.

Remarque : la séquence qui vient d'être décrite est le cas général de l'épitaxie par couche atomique. Dans notre cas, nous n'avons pas utilisé de purges (étapes 2 et 4) entre les pulses de TMGa et d' AsH_3 . Nous n'avons pas observé, dans nos conditions, de différences (du point de vue de la densité de parois d'inversion) avec ou sans purges. Pour un gain de temps, ces deux étapes ont été supprimées.

La succession de réactions des étapes 1 à 4 peut être résumée par les deux relations suivantes :



Dans ces relations, l'indice k indique qu'il peut y avoir une décomposition de l'arsine à la surface de l'échantillon. Si l'on suppose que l'arsine s'adsorbe sur une surface d'atomes de Ga sous la forme de molécules d' AsH_3 , k vaut 0. Toutefois, AsH_3 est peu stable et il est raisonnable d'introduire l'indice k pour traduire la décomposition de l'arsine [7].

A l'étape 1, suivant le flux, ou le temps d'exposition, du TMGa, la surface peut se retrouver complètement recouverte par les molécules de $Ga(CH_3)_x$. Les molécules supplémentaires ne s'adsorberont pas. C'est un des points caractéristiques de l'épitaxie par couche

atomique : la possibilité de limiter la croissance à une monocouche (MC) par cycle (un cycle correspondant à la succession des étapes 1 à 4). Dans ce cas où la croissance est limitée à 1 MC/cycle, on parle d'*Atomique Layer Epitaxy* (ALE). La puissance de la méthode est que la limitation à 1 MC ne se fait pas par interruption volontaire de l'injection des précurseurs, mais par une limitation de l'adsorption à la surface des molécules de $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$.

Remarque : dans la suite du manuscrit, nous utiliserons abusivement la dénomination d'ALE pour désigner la technique d'épitaxie par couche atomique avec des flux de précurseurs alternés, même si les conditions de croissance ne correspondent pas à 1 MC/cycle.

L'épitaxie par couche atomique est généralement utilisée pour obtenir une uniformité d'épaisseur sur de grandes surfaces et pour réaliser des interfaces nettes. Théoriquement, elle permet d'obtenir des rugosités de l'ordre de la monocouche. Des structures à puits quantiques épitaxiées avec l'ALE présentent d'excellentes caractéristiques de photoluminescence [9]. L'ALE peut être aussi employée pour pouvoir diminuer la température de croissance [1, 7]. Tout ceci fait que cette technique a connu un grand intérêt depuis son introduction en 1980 par Suntola.

2) Epitaxie de GaAs avec séquence d'ALE

Dans ce qui suit, nous décrivons l'effet de l'épitaxie par couche atomique en début de croissance sur la densité de parois d'inversion, sur la densité de dislocations émergentes de la couche de GaAs, et sur les propriétés de photoluminescence d'un puits quantique de GaAs/AlGaAs.

a) Effet de l'ALE sur les parois d'inversion Dans la section 2.1.3, nous avons vu que la diminution de la température entraînait l'augmentation du nombre de domaines d'inversion dans le GaAs du fait de la réduction de la longueur de diffusion de surface des atomes. Nous montrons dans la suite que l'utilisation de l'ALE permet de réduire la densité de parois d'inversion.

La séquence de croissance est la suivante : après le palier à 700 °C, la température de croissance est réduite. A basse température ($T_{ALE} = 450$ °C), une couche de GaAs est épitaxiée par épitaxie par couche atomique (20 cycles, avec un temps de TMGa $t_{Ga} = 0,04$ min et un temps d'AsH₃ $t_{As} = 0,10$ min, le flux de TMGa est fixé à 20 sccm et celui d'arsine à 50 sccm). L'épaisseur théorique du « super-réseau » d'ALE est de 5,7 nm. Ensuite, par épitaxie conventionnelle, 60 nm de GaAs basse température (BT) sont épitaxiés (figure 2.11).

L'échantillon Ge122b qui a été épitaxié suivant cette séquence a été observé à l'AFM et au MEB après révélation des parois d'inversion par décoration chimique.

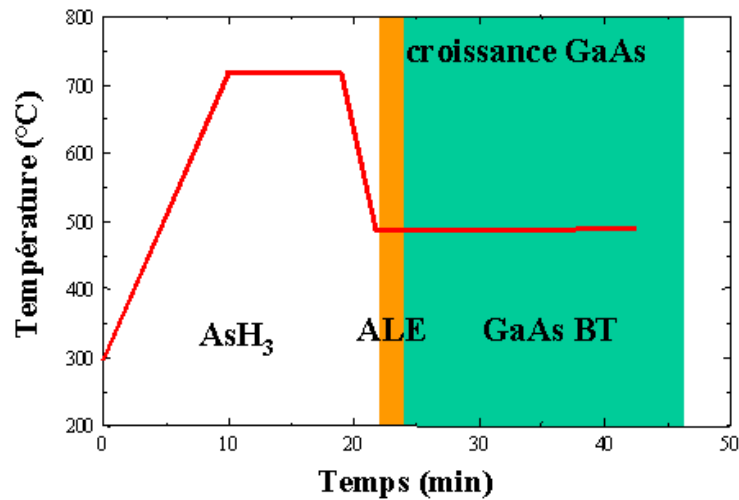


FIG. 2.11: Séquence de croissance utilisant l'épitaxie par couche atomique, à basse température.

La révélation des parois d'inversion (figure 2.12) nous indique que les domaines sont plus grands dans l'échantillon Ge122b. La densité de parois d'inversion pour l'échantillon Ge183b (départ GaAs basse température standard sans ALE) est de $18,4 \mu\text{m}^{-1}$ contre $5,8 \mu\text{m}^{-1}$ pour Ge122b.

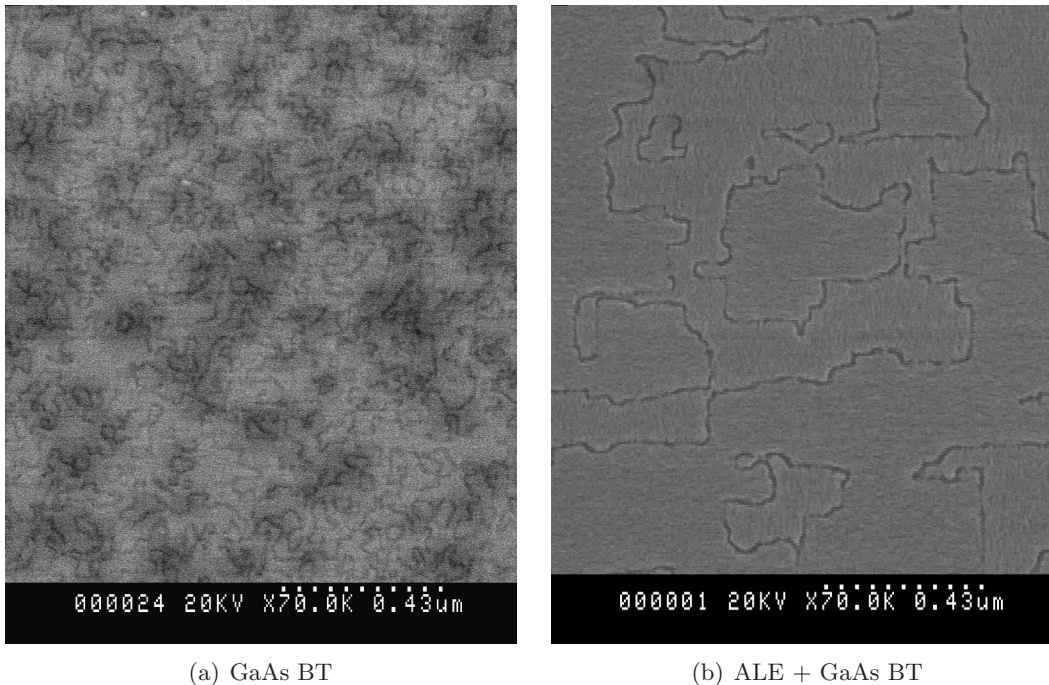


FIG. 2.12: Images des surfaces des échantillons Ge183b et Ge122b : comparaison des densités de parois d'inversion sur les échantillons avec GaAs BT conventionnel (a) et ALE (b).

L'image AFM (figure 2.13) montre que la rugosité de surface est différente entre Ge122b et Ge183b. D'après les mesures AFM, Ge122b présente une plus forte rugosité ($\sigma_{rms} = 1,2 \text{ nm}$

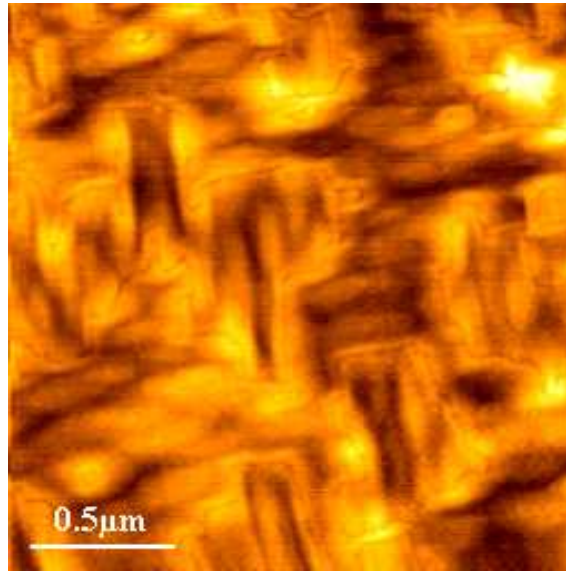


FIG. 2.13: Image AFM de la surface de l'échantillon Ge122b avec départ de croissance avec ALE.

contre $\sigma_{rms} = 0,5$ nm pour Ge183b).

L'épitaxie conventionnelle à basse température entraîne une forte densité de parois. Du fait de la longueur de diffusion plus faible des atomes en surface, les domaines sont plus petits et plus nombreux. L'épitaxie par couche atomique en début de croissance permet d'augmenter la longueur de diffusion et d'obtenir des domaines d'inversion plus grands, diminuant ainsi la densité de parois. Pour les échantillons Ge183b et Ge122b, l'utilisation de l'ALE a permis de réduire la densité de parois d'inversion d'un facteur 5. Ce qui signifie que la longueur totale de parois est 5 fois plus petite quand l'ALE est utilisée en début de croissance, au lieu d'un départ conventionnel à basse température.

b) **Effet de l'ALE sur la densité de dislocations émergentes** Afin de quantifier l'effet de l'épitaxie par couche atomique sur les dislocations émergentes, nous les avons révélées chimiquement dans les échantillons Ge183b et Ge122b. Pour cela, nous avons utilisé une solution de brome-méthanol (Br-CH₃OH) à 5%. Les deux échantillons ont été plongés dans la solution de gravure pendant 1 s et rincés dans du méthanol pur. La densité de dislocations émergentes pour Ge122b (échantillon avec ALE) est de l'ordre de 10^6 cm⁻² (voir la section 2.2.2). Par contre, il n'a pas été possible de déterminer par gravure chimique la densité de dislocations pour Ge183b (échantillon sans ALE). En effet, la couche de GaAs était totalement gravée après 1 s d'attaque chimique (même pour des

concentrations en Br plus faibles). Cette différence nous mène à penser que le GaAs de l'échantillon Ge183b est de moins bonne qualité que celui de l'échantillon Ge122b. Il doit présenter une forte densité de dislocations probablement due à la propagation dans le GaAs des dislocations émergentes du pseudo-substrat de Ge/Si. Il est à noter que la densité de dislocations émergentes dans l'échantillon Ge122b est 5 fois plus faible que celle du PS. Le réseau d'ALE en début de croissance semble bloquer la propagation des dislocations émergentes venant du PS.

c) Effet de l'ALE sur les propriétés de photoluminescence Nous avons voulu étudier l'influence de l'épitaxie par couche atomique sur l'amélioration des propriétés optiques du GaAs. Deux échantillons contenant un puits quantique ont été épitaxiés, afin de comparer leurs intensités de photoluminescence (PL) ¹.

L'échantillon Ge6 comprend un puits quantique de GaAs/Al_{0,3}Ga_{0,7}As de 10 nm d'épaisseur, avec en début de croissance un réseau d'ALE (20 cycles à 490°C suivi d'une couche de GaAs BT de 60 nm). La référence sans ALE est l'échantillon Ge5, qui contient le même puits quantique, et qui est épitaxié suivant la séquence standard à haute température (section 2.1.2). La figure 2.14 montre les spectres de PL des échantillons Ge5 et Ge6. Le

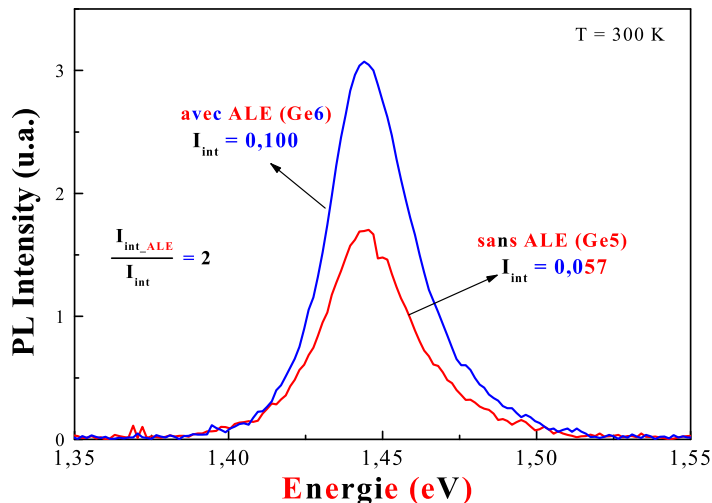


FIG. 2.14: Influence de l'ALE sur la photoluminescence d'un puits quantique de GaAs/Al_{0,3}Ga_{0,7}As.

pic de PL est centré autour de 1,44 eV, soit une longueur d'onde de 861 nm, pour les deux échantillons. On constate que l'intensité du pic de Ge6 est 2 fois plus forte que pour Ge5. La largeur à mi-hauteur (FWHM) est la même pour les deux échantillons (FWHM = 30 meV). D'autre part, la rugosité, étant donné que les trous ont disparu, est

¹Pour une description du principe de la photoluminescence et du montage, se reporter à l'annexe E.

28 fois plus faible pour Ge6 ($\sigma_{rms} = 3$ nm). La révélation des parois d'inversion sur Ge6 donne une densité légèrement plus faible que celle de Ge5 ($D_{APB} = 0,8 \mu\text{m}^{-1}$ pour Ge6, contre $1,0 \mu\text{m}^{-1}$ pour Ge5). L'augmentation de l'intensité de photoluminescence est due à la suppression des trous et à la réduction de la densité de dislocations par l'étape d'ALE.

2.1.5 Conclusion sur l'introduction de l'épitaxie par couche atomique

L'épitaxie de GaAs par l'EPVOM conventionnelle sur PS de Ge/Si (001), ie croissance haute température, ne permet pas d'avoir une couche de bonne qualité (trous en surface, parois d'inversion). La diminution de la température de croissance améliore la rugosité de surface (disparition des trous), mais augmente dramatiquement la densité de parois d'inversion du fait d'une longueur de diffusion des atomes plus faible à basse température. L'utilisation en début de croissance de l'épitaxie par couche atomique, qui consiste à envoyer alternativement les gaz précurseurs, permet de conserver la faible rugosité de surface tout en diminuant fortement la densité de parois. L'ALE conduit aussi à une diminution de la densité de dislocations émergentes par rapport à celle du pseudo-substrat, et une augmentation de l'intensité de photoluminescence de puits quantiques.

2.2 Etude des paramètres de l'épitaxie par couche atomique

Nous avons montré dans la partie précédente l'intérêt de l'introduction de l'épitaxie par couche atomique en début de croissance. Dans cette partie, nous étudions les effets des paramètres de croissance de l'épitaxie par couche atomique (ALE) sur la morphologie (rugosité, dislocations, parois d'inversion) et les propriétés optiques (intensité de photoluminescence) du matériau. Cette étude a été réalisée uniquement sur les pseudo-substrats de ST Microelectronics, ie les PS de Si (001) avec une couche de $1 \mu\text{m}$ de Ge. Nous nous sommes particulièrement intéressés à l'effet du nombre de cycles du super-réseau, de la température de l'ALE, du flux et du temps de triméthylgallium pendant l'ALE, et enfin de l'épaisseur de la couche de GaAs basse température après l'ALE.

2.2.1 Description des paramètres

La séquence de croissance utilisée est schématisée sur la figure 2.15. Après une étape de désorption, sous flux d'arsine et à $750 \text{ }^\circ\text{C}$, de l'oxyde natif en surface du pseudo-substrat, la température est réduite, et une alternance de couches de Ga et d'As est réalisée à basse température, en alternant les flux de TMGa et AsH_3 (super-réseau de l'ALE). Ensuite, du GaAs conventionnel (les gaz sont envoyés simultanément) est épitaxié à basse température. Enfin, après une remontée à la température de croissance traditionnelle du GaAs, entre $600 \text{ }^\circ\text{C}$ et $700 \text{ }^\circ\text{C}$, une couche de GaAs est épitaxiée.

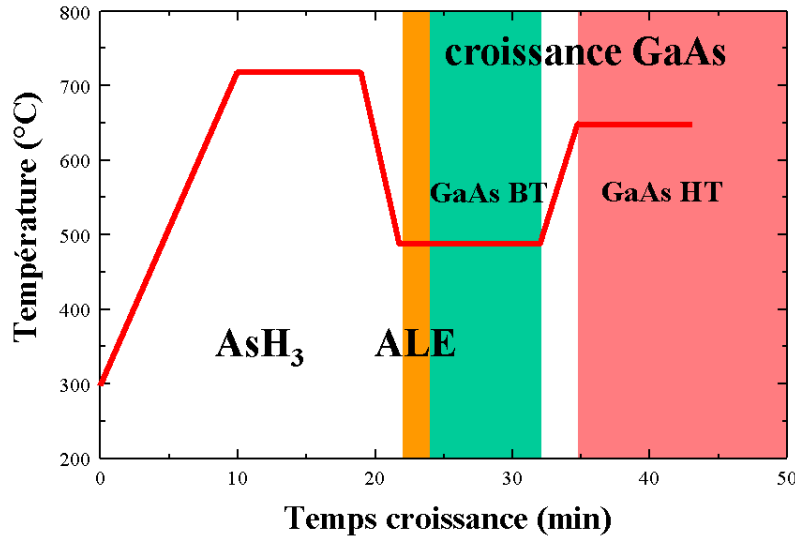


FIG. 2.15: Séquence de la croissance des échantillons.

Les paramètres que nous avons choisis pour cette étude sont :

1. le nombre de cycles du super-réseau
2. la température de l'ALE
3. le flux de TMGa dans l'étape d'ALE
4. le temps de TMGa dans l'ALE
5. l'épaisseur de GaAs à basse température (GaAs BT)

Remarque : le gallium ayant une pression de vapeur saturante nettement plus faible que l'arsenic ($P_{Ga} = 9,3 \times 10^{-6}$ Pa et $P_{As} > 10^5$ Pa à 25°C), il se formera plus facilement des amas de Ga métallique à la surface de l'échantillon pendant l'ALE [1]. C'est pourquoi il nous paraît plus pertinent de prendre comme paramètres de l'étude le flux et le temps du triméthylgallium plutôt que ceux de l'arsine. Le flux d'arsine sera, quelque soit le paramètre étudié, égal à 50 sccm.

Les critères auxquels nous nous sommes intéressés sont la densité de dislocations, la densité de parois d'inversion, la fraction entre les deux orientations du GaAs, et la rugosité de la surface.

La densité de dislocations émergentes est estimée par révélation chimique à l'aide d'une solution de Br-CH₃OH, comme indiqué à la section 2.1.4. Les échantillons sont plongés 1 s dans la solution de brome-méthanol, puis rincés dans du méthanol pur.

Les parois d'inversion sont révélées par décoration chimique (comme indiqué section 1.4.3). Les échantillons sont plongés dans la solution de gravure pendant environ 25 s, de telle sorte que le contraste au MEB soit suffisant, et rincés une minute dans l'eau désionisée. Nous définissons la densité de parois D_{APB} comme la longueur totale des parois par unité de surface. La fraction θ_{AB} entre les deux orientations de domaines est le rapport

entre la surface occupée par une orientation (A ou B) de domaine sur la surface totale de l’image MEB.

2.2.2 Nombre de cycles pendant l’ALE : effets sur les dislocations émergentes et les parois d’inversion

Les échantillons Ge134, Ge122b, et Ge135 ont été réalisés en utilisant différents nombres de cycles d’ALE (10, 20, et 40 respectivement). Les temps de TMGa et d’arsine sont $t_{Ga} = 0,04$ min et $t_{As} = 0,10$ min, pour un flux de TMGa de 20 sccm (tableau 2.1). La température T_{ALE} est de 450 °C. La croissance des échantillons consiste en une étape d’ALE, suivie par 60 nm de GaAs BT avec un flux de TMGa de 30 sccm.

Remarque : la température de l’ALE et celle du GaAs BT sont identiques.

ALE					GaAs BT
T_{ALE} (°C)	n_{cycles}	t_{Ga} (min)	t_{As} (min)	flux de TMGa (sccm)	e_{GaAsBT} (nm)
450	10, 20, 40	0,04	0,10	20	60

TAB. 2.1: Tableau récapitulatif des séquences pour l’étude du nombre de cycles dans l’ALE.

Nous avons mesuré par AFM la rugosité des échantillons Ge134, Ge122b, et Ge135. La valeur de la rugosité reste constante quelque soit le nombre de cycles, et est de l’ordre de 1,2 nm pour les trois échantillons. Cette valeur est 4 fois plus grande que la rugosité du pseudo-substrat et que la rugosité du GaAs épitaxié sur substrat de GaAs. Nous verrons à la section 2.2.3 que la surface juste après le super-réseau n’est pas lisse et que la rugosité est déjà élevée.

1) Effet sur la densité de dislocations émergentes Après révélation chimique des dislocations, les échantillons sont observés au MEB. La figure 2.16 est un exemple de ce qui a été obtenu pour l’échantillon Ge122b (20 cycles d’ALE). Les figures de gravure ne sont pas celles obtenues habituellement sur substrat de GaAs avec cette solution (figure 2.16 (a)). Nous observons des zones gravées de tailles différentes. Nous pensons que les grandes zones gravées étaient, à l’origine, des dislocations très proches, et qu’au moment de la gravure, les figures de gravure de chaque dislocation se sont chevauchées. Les plus petites zones gravées seraient les figures de gravure de dislocations isolées. Pour estimer le nombre de dislocations émergentes, nous avons déterminé la surface totale occupée par les zones gravées, et nous l’avons divisée par la surface de la plus petite zone gravée.

Remarque : nous supposons que la plus petite figure de gravure correspond à une seule dislocation.

Pour augmenter la statistique, nous avons réalisé en trois endroits de la surface, pour

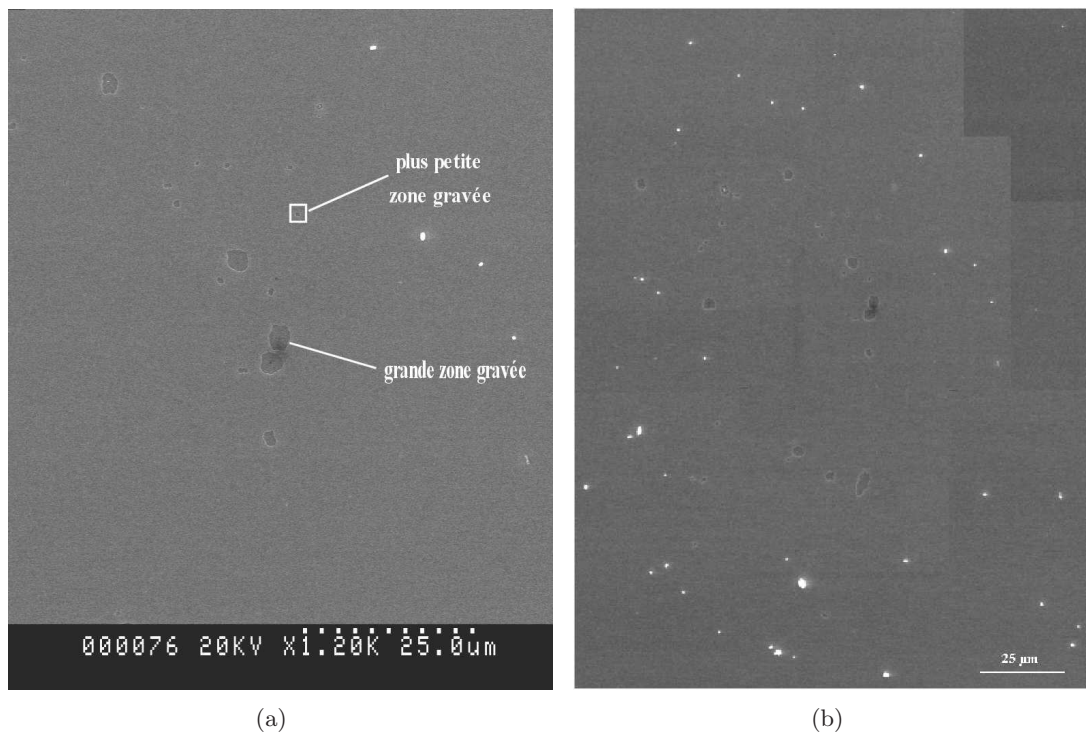


FIG. 2.16: Estimation de la densité de dislocations émergentes : mise en évidence de zones gravées de tailles différentes (a), et pavage réalisé à partir de 9 images MEB (b).

chaque échantillon, un pavage avec 9 clichés MEB. Un exemple de pavage est donné figure 2.16 (b)).

L'évolution de la densité de dislocations émergentes en fonction du nombre de cycles de l'ALE est donnée à la figure 2.17.

La zone hachurée correspond à la densité de dislocations émergentes du pseudo-substrat de Ge/Si. Les barres d'incertitudes représentent l'écart-type sur les trois pavages réalisés pour chaque échantillon. Le point à 0 cycle correspondrait à un échantillon sans ALE où les dislocations émergentes du pseudo-substrat se prolongeraient dans la couche de GaAs. Un tel échantillon a été épitaxié (Ge183b), mais la détermination de la densité de dislocations sur cet échantillon n'a pu être réalisée convenablement. La couche de GaAs se gravait extrêmement rapidement, même pour de faibles concentrations en brome, traduisant une mauvaise qualité de la couche. Nous avons ainsi placé le point hypothétique à 0 cycle d'ALE, pour mieux illustrer l'effet de l'ALE qui permet une diminution de la densité de dislocations.

L'insertion du super-réseau diminue la densité de dislocations émergentes à la surface du GaAs par rapport à celle du pseudo-substrat de Ge/Si. On observe une augmentation de la densité de dislocations avec le nombre de cycles d'ALE. Toutefois, la répartition des dislocations sur les échantillons est inhomogène. Bien que le champ employé pour estimer

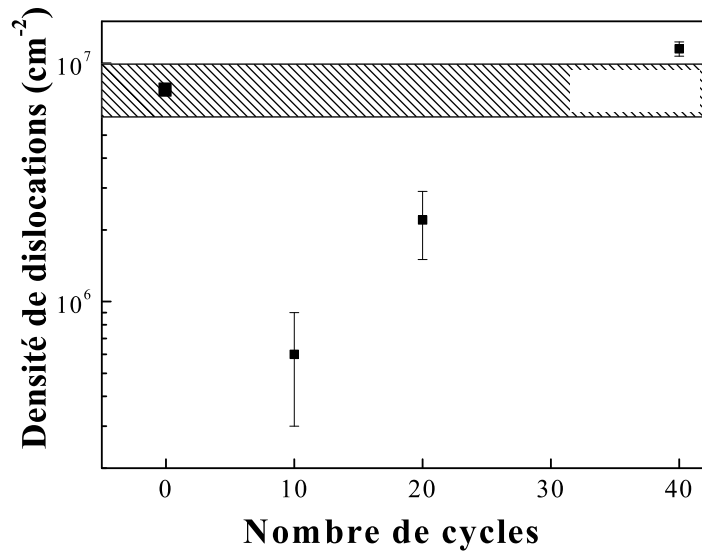


FIG. 2.17: Evolution de la densité de dislocations émergentes en fonction du nombre de cycles de l'ALE.

la densité de dislocations soit grand ($150 \times 200 \mu\text{m}^2$), il faut prendre ces valeurs avec précaution. En effet, de grandes zones ne présentent pas de dislocations. C'est pourquoi, il vaut mieux considérer les valeurs reportées sur le graphique de la figure 2.17 comme des valeurs maximales. La densité moyenne de dislocations pour les échantillons à 10 et 20 cycles d'ALE, à $450 \text{ }^\circ\text{C}$, est de l'ordre de 10^6 cm^{-2} , ce qui représente une diminution d'un facteur 5 par rapport à celle du pseudo-substrat.

2) Effet sur la densité de parois d'inversion L'évolution de la densité de parois d'inversion en fonction du nombre de cycles d'ALE est représentée figure 2.18.

La densité de parois diminue quand le nombre de cycles augmente. Pour tenter d'expliquer cet effet, faisons l'hypothèse que l'épaisseur de GaAs déposée lors de l'ALE est proportionnelle au nombre de cycles. Un cycle comprend schématiquement une couche de Ga et une couche d'As. Ce qui correspond à une demi maille de GaAs, soit $0,28 \text{ nm}$ par cycle. Ainsi, 10 cycles correspondent à $2,8 \text{ nm}$, 20 cycles à $5,6 \text{ nm}$, et 40 cycles à $11,2 \text{ nm}$. (Les épaisseurs données ici sont théoriques. Il ne nous est pas possible de les mesurer expérimentalement exactement.) Comme nous l'avons vu à la section 1.2.3, deux parois d'inversion qui se rencontrent s'annihilent. Plus l'épaisseur est grande, plus le nombre de rencontres entre parois augmentent, et la densité de parois diminue. Toutefois, les épaisseurs considérées ici sont faibles, et peuvent ne pas justifier la diminution de la densité de parois. Une autre cause supplémentaire pourrait expliquer la diminution de la densité de parois avec le nombre de cycles d'ALE. Comme nous le verrons à la figure 2.26 (a) dans la section 2.2.3, la surface après le super-réseau n'est pas plane, mais présente des reliefs en formes de boules. Si, pour

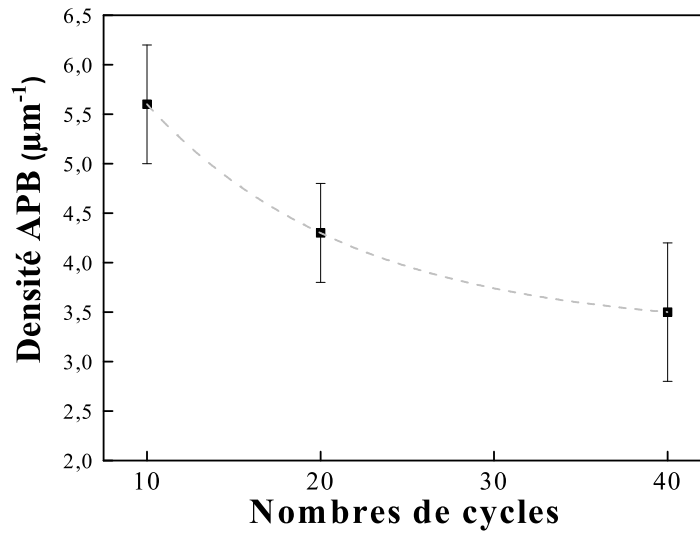


FIG. 2.18: Evolution de la densité de parois d'inversion en fonction du nombre de cycles dans l'ALE.

un nombre de cycles croissant ce relief est accentué, cela peut conduire aussi à diminuer encore le nombre de parois d'inversion.

Le rapport θ_{AB} entre les deux orientations de domaines décroît légèrement quand le nombre de cycles augmente (figure 2.19). Cela signifie qu'un domaine est privilégié.

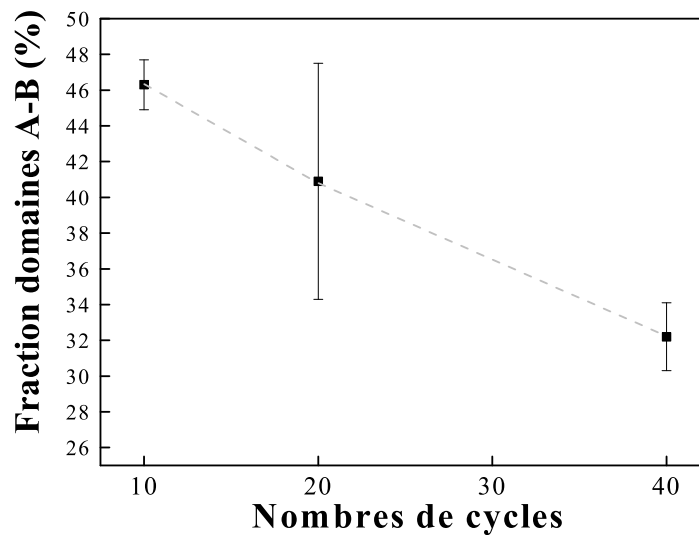


FIG. 2.19: Evolution du rapport entre orientations de domaines en fonction du nombre de cycles dans l'ALE.

L'introduction du super-réseau d'ALE à 450°C réduit d'un facteur 5 la densité de dislocations émergentes en comparaison de celle du pseudo-substrat. La densité de dislocations moyenne dans le GaAs est ainsi de l'ordre de 10^6 cm^{-2} , pour 60 nm de GaAs. Quand le nombre de cycles augmente, on observe une diminution de la densité de parois, probablement due à une augmentation de l'épaisseur du super-réseau, ainsi qu'à la morphologie de surface de celui-ci.

2.2.3 Température de l'ALE : effets sur la rugosité et les parois d'inversion

Pour cette étude, nous avons épitaxié des échantillons avec des températures T_{ALE} différentes. Le super-réseau de l'ALE comporte 20 cycles avec des temps $t_{Ga} = 0,04 \text{ min}$ et $t_{As} = 0,10 \text{ min}$, pour un flux de triméthylgallium de 20 sccm. Ensuite, 60 nm de GaAs BT sont épitaxiés à la température T_{ALE} , avec un flux de TMGa de 30 sccm. Le flux d'arsine est fixé à 50 sccm.

ALE					GaAs BT
T_{ALE} (°C)	n_{cycles}	t_{Ga} (min)	t_{As} (min)	flux de TMGa (sccm)	e_{GaAsBT} (nm)
450 à 530	20	0,04	0,10	20	60

TAB. 2.2: Tableau récapitulatif des séquences pour l'étude de la température de l'ALE.

Pour chaque température T_{ALE} , les temps de croissance du GaAs BT sont différents car la vitesse de croissance du GaAs dépend, dans la gamme des basses températures, très fortement de la température ¹ (figure 2.20).

Comme il est important pour cette étude que l'épaisseur de GaAs soit la même pour tous les échantillons, nous nous sommes servi des spectres de réflectivité in-situ pour déposer exactement 60 nm de GaAs.

¹Pour le détail sur l'obtention des valeurs de la vitesse de croissance, se reporter à l'annexe D sur la réflectométrie in-situ.

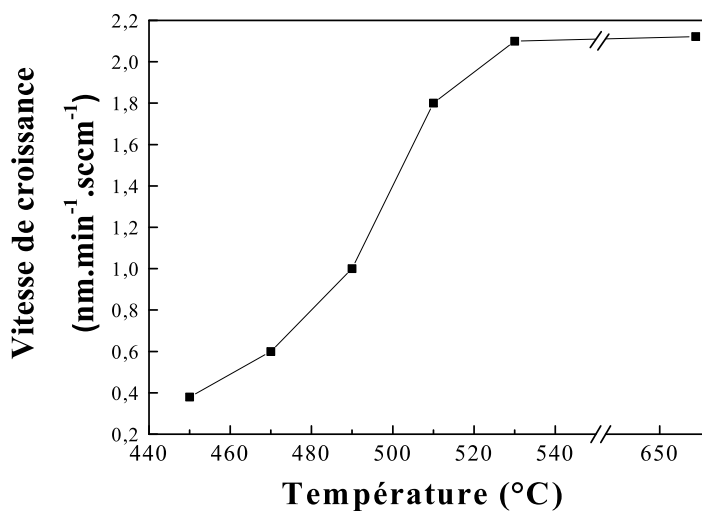


FIG. 2.20: Vitesse de croissance du GaAs BT en fonction de la température.

Le spectre de réflectivité se décompose en deux parties (figure 2.21) :

- la partie traduisant l’ALE montre une faible décroissance de l’intensité de réflectivité. On retrouve bien la durée des 20 cycles de l’ALE ($[0,04\text{min} + 0,10\text{min}] \times 20 = 148\text{ s}$).
- la partie du spectre correspondant à la croissance du GaAs BT est la fraction d’oscillation après l’ALE.

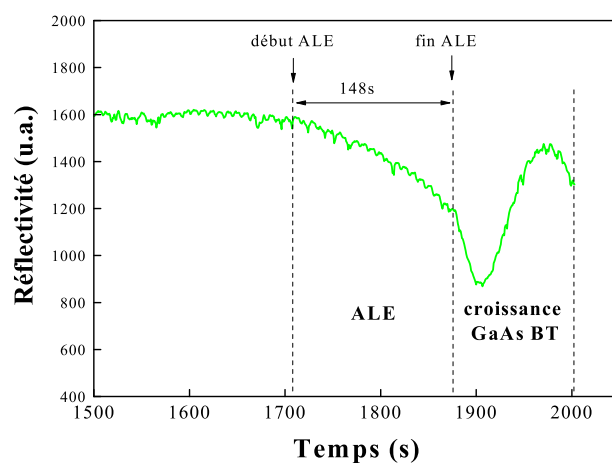


FIG. 2.21: Exemple de spectre de réflectivité in-situ ($\lambda = 632\text{ nm}$).

Le graphe de la figure 2.22 montre les spectres de réflectivité in-situ pour les différentes températures d’ALE.

On constate bien que la période d’oscillation correspondant au GaAs BT diminue, ie que

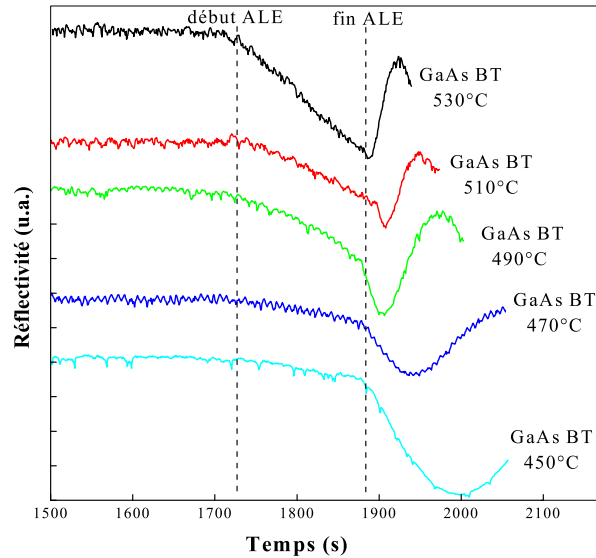


FIG. 2.22: Spectres de réflectivité *in situ* pour les échantillons avec T_{ALE} variable ($\lambda = 632$ nm). Les spectres sont décalés en intensité pour une meilleure lisibilité.

la vitesse de croissance augmente, quand la température augmente. D'après l'annexe D, la vitesse de croissance est inversement proportionnelle à la période d'oscillation.

L'oscillation correspondant au GaAs BT représente une même fraction de la période d'oscillation pour chaque température : une même épaisseur de GaAs a été épitaxiée pour toutes les températures.

Les échantillons épitaxiés avec une température T_{ALE} allant de 450 à 530 °C présentent une même densité de dislocations émergentes de l'ordre de 10^6 cm⁻². La température de l'ALE ne semble pas avoir d'effet sur les dislocations. Par contre, nous avons observé un effet sur la rugosité de la surface et sur la densité de parois d'inversion.

1) Effet sur la rugosité La figure 2.23 montre l'évolution de la rugosité de surface des différents échantillons en fonction de la température T_{ALE} utilisée pour l'ALE et les 60 nm de GaAs BT.

La rugosité reste constante ($\sigma_{rms} = 1,2$ nm) jusqu'à une température de 510°C, puis elle augmente fortement ($\sigma_{rms} = 8,0$ nm) au-dessus de 510°C.

2) Effet sur la densité de parois d'inversion La variation de la densité de parois avec la température d'ALE est représentée figure 2.24.

On remarque que la densité augmente de 450 à 470°C, ensuite, il y a un palier entre 470 et 510°C. Puis, la densité décroît.

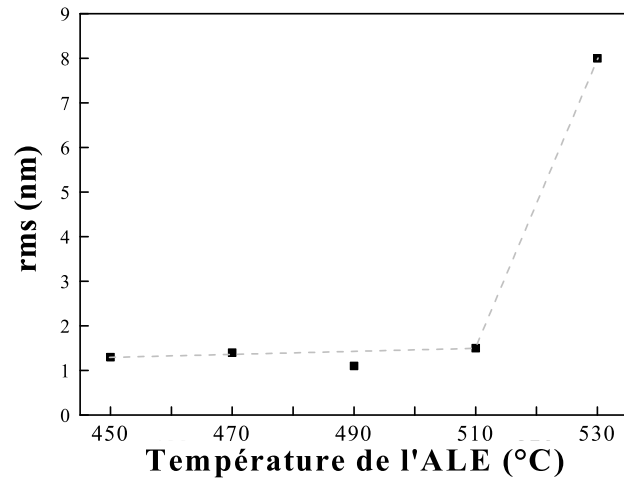


FIG. 2.23: Evolution de la rugosité en fonction de la température de l'ALE.

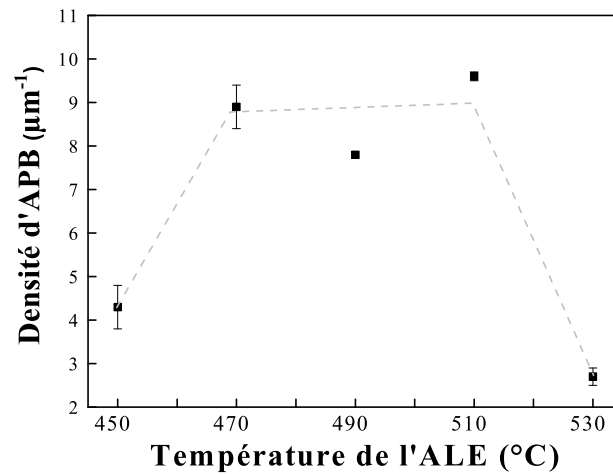
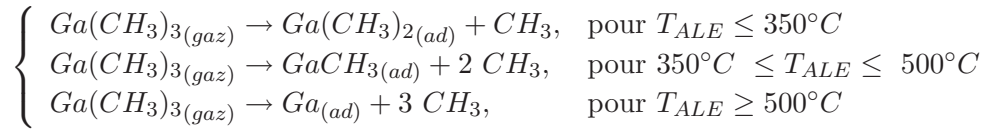


FIG. 2.24: Evolution de la densité de parois d'inversion en fonction de la température de l'ALE.

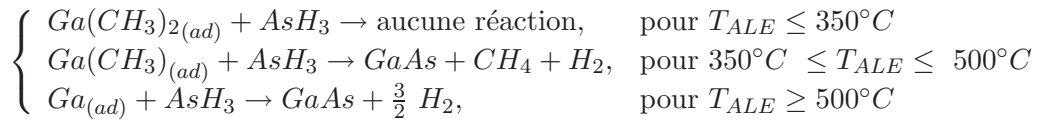
La fraction θ_{AB} entre les deux orientations de domaine est constante quelque soit la température, et vaut 45 %.

3) Discussion Pour essayer d'interpréter les évolutions de la rugosité et de la densité de parois en fonction de T_{ALE} , revenons brièvement sur l'épitaxie par couche atomique. Au début de ce chapitre, nous avons décrit le principe de l'épitaxie par couche atomique : les précurseurs TMGa et AsH₃ sont envoyés alternativement sur le substrat. Maintenant, regardons l'effet de la température sur les précurseurs. D'après Nishizawa [10], les réactions

de pyrolyse qui ont lieu lors de la croissance sont les suivantes :



Ensuite, quand l'arsine est envoyée sur l'échantillon :



Au-dessus de $500^\circ C$, comme nous l'avons signalé plus haut, il y a formation de gouttelettes de Ga à la surface [10,11] du fait de la faible pression de vapeur saturante du Ga. Une image AFM de la surface de l'échantillon avec $T_{ALE} = 530^\circ C$ (figure 2.25(a)) montre bien qu'il y a formation d'amas de Ga à $530^\circ C$ pendant l'étape d'ALE.

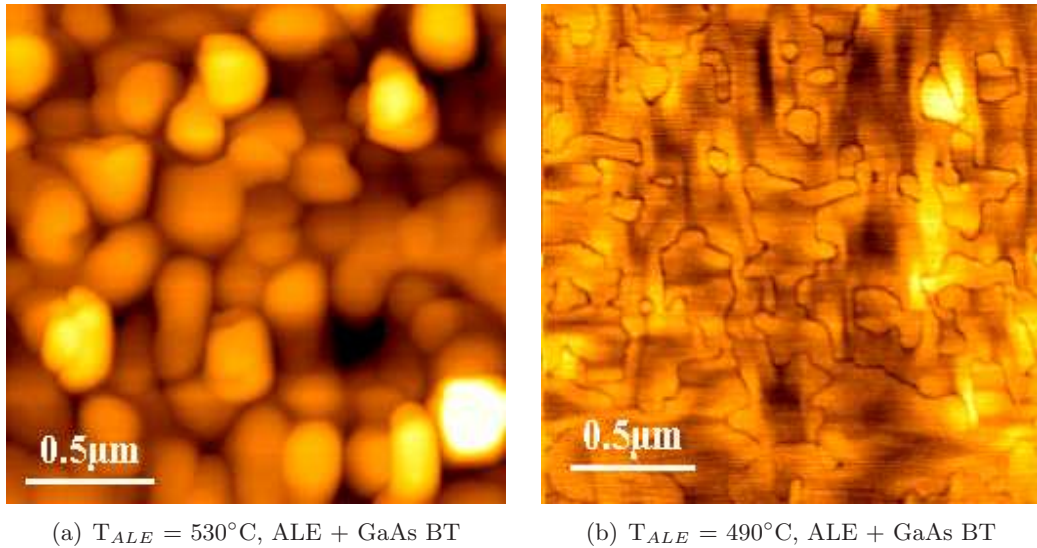


FIG. 2.25: Surface de l'échantillon avec ALE et 60 nm de GaAs BT à $T_{ALE} = 530^\circ C$ (a) et $490^\circ C$ (b) (AFM). La surface de l'échantillon épitaxié à $530^\circ C$ a une forte rugosité qui traduit des amas de Ga au niveau du super-réseau.

La surface de l'échantillon à plus basse température, $T_{ALE} = 490^\circ C$ (figure 2.25 (b)) est plus lisse, et ne présente pas d'amas de Ga. Les échantillons pour T_{ALE} comprise entre 470 et $510^\circ C$ présentent la même morphologie de surface que celle de la figure 2.25 (b).

On peut supposer que la diminution de la densité de parois d'inversion, qui apparaît à $530^\circ C$, est due à cette rugosité de surface en forme de boules.

Pour $T_{ALE} = 450^\circ C$, la surface de l'échantillon est semblable à celle de la figure 2.25 (b). Pour expliquer la plus faible densité de parois, nous avons observé la surface juste après les 20 cycles d'ALE (figure 2.26 (a) et (b)).

La surface après ALE, pour $T_{ALE} = 450^\circ C$, ne présente pas la même morphologie (figure 2.26 (a)) que pour $T_{ALE} = 490^\circ C$ (figure 2.26 (b)). Dans les deux cas, la rugosité

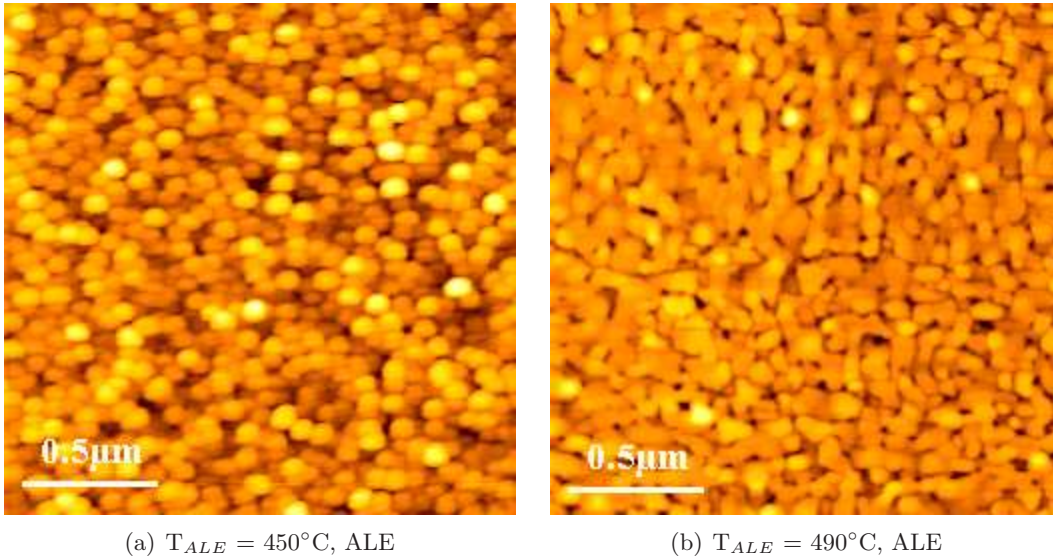


FIG. 2.26: Surface de l'échantillon après 20 cycles d'ALE à $T_{ALE} = 450^{\circ}\text{C}$ (a) et 490°C (b) (AFM). A 450°C , la surface présente des boules, alors que la surface est plus lisse pour 490°C .

σ_{rms} est identique ($\sigma_{rms} = 1,4 \text{ nm}$), mais à 450°C , la surface n'est pas aussi lisse qu'à 490°C . En effet à 450°C , la surface présente des boules, alors qu'à 490°C la surface est plutôt plane. En faisant le parallèle avec la surface de l'échantillon avec ALE et 60 nm de GaAs épitaxié à 530°C , on peut supposer que c'est bien cette morphologie de surface en forme de boules après l'ALE qui conduit à une réduction de la densité de parois d'inversion.

L'origine du relief en formes de boules peut être expliquée : au-dessus d'une température de 510°C , il y a formation d'amas de Ga lors de l'étape d'ALE, et à basse température (450°C) la surface en forme de boules peut provenir de la plus faible longueur de diffusion des atomes à la surface. Toutefois la raison de la diminution de la densité de parois d'inversion quand la surface présente ce type de relief n'est pas encore éclaircie.

La température de l'ALE a un effet sur la rugosité et la densité de parois d'inversion. Au-delà de 510°C , la rugosité augmente fortement du fait de la formation d'amas de gallium lors de l'étape d'ALE. La densité de parois présente un maximum entre 470°C et 510°C . La plus faible densité de parois pour 450 et 530°C est corrélée à une morphologie de surface en forme de boules après le super-réseau.

2.2.4 Flux de TMGa pendant l'ALE : effet sur la rugosité et les parois d'inversion

Nous avons fait varier le flux de triméthylgallium pendant l'étape d'ALE. Les échantillons étudiés dans cette section ont tous été épitaxiés à $T_{ALE} = 490^\circ\text{C}$, avec $t_{Ga} = 0,04$ min et $t_{As} = 0,10$ min par cycle et un flux de TMGa variant de 5 à 40 sccm, suivi par 60 nm de GaAs BT avec un flux de TMGa de 30 sccm. Le flux d'arsine est toujours fixé à 50 sccm. La densité de dislocations émergentes est constante quelque soit le flux de TMGa dans

ALE					GaAs BT
T_{ALE} ($^\circ\text{C}$)	n_{cycles}	t_{Ga} (min)	t_{As} (min)	flux de TMGa (sccm)	e_{GaAsBT} (nm)
490	20	0,04	0,10	5 à 40	60

TAB. 2.3: Tableau récapitulatif des séquences pour l'étude du flux de TMGa dans l'ALE.

l'ALE ($D_{dislo} = 10^6 \text{ cm}^{-2}$). Par contre, on observe un effet du flux de TMGa sur la rugosité de la surface et sur la densité de parois d'inversion.

1) **Effet sur la rugosité** Le graphique de la figure 2.27 représente l'évolution de la rugosité de surfaces des échantillons en fonction du flux de TMGa.

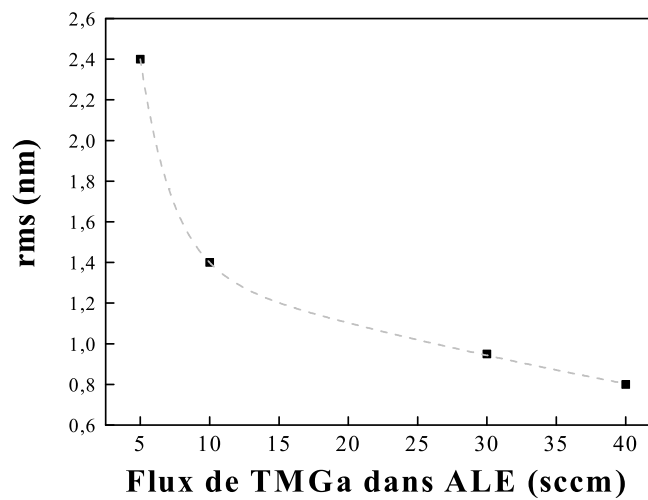


FIG. 2.27: Evolution de la rugosité en fonction du flux de TMGa pendant l'étape d'ALE.

On remarque que la rugosité diminue d'un facteur 3 quand le flux passe de 5 à 40 sccm.

2) **Effet sur la densité de parois d'inversion** L'évolution de la densité de parois en fonction du flux de TMGa est donnée à la figure 2.28. La densité de parois diminue légèrement de 5 à 30 sccm, puis augmente pour 40 sccm.

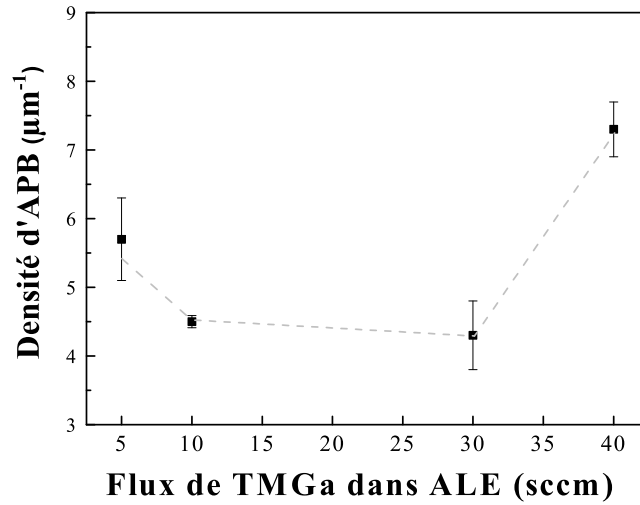


FIG. 2.28: Evolution de la densité de parois en fonction du flux de TMGa pendant l'étape d'ALE. Le point à 20 sccm n'est pas considéré, car il a été obtenu sur une autre génération de PS que les autres points.

La fraction θ_{AB} entre les deux orientations de domaines est voisine de 42 % pour les différents flux. Aucun domaine n'est privilégié.

3) Discussion Nous attribuons la diminution de la rugosité avec l'augmentation du flux de TMGa au fait qu'à flux faible, la surface n'est pas saturée en Ga. Il faut plusieurs cycles pour que la surface soit totalement recouverte par le Ga. La figure 2.29 montre schématiquement comment on pourrait expliquer l'origine de l'évolution de la rugosité de surface lors de l'ALE, quand à chaque cycle, le gallium ne recouvre pas entièrement la surface.

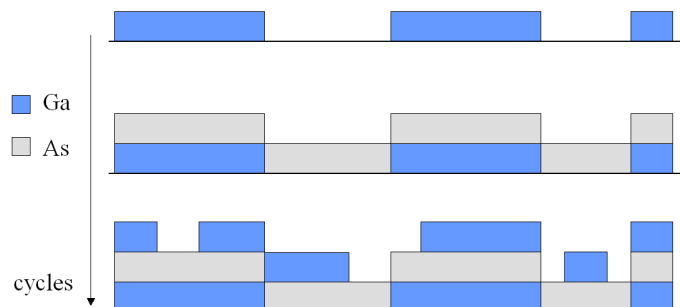


FIG. 2.29: Schématisation de l'étape d'ALE pour des faibles flux de TMGa. A chaque cycle, la rugosité augmente.

Quand le flux de TMGa augmente, le nombre d'atomes devient suffisamment important pour couvrir entièrement la surface de l'échantillon : la rugosité diminue.

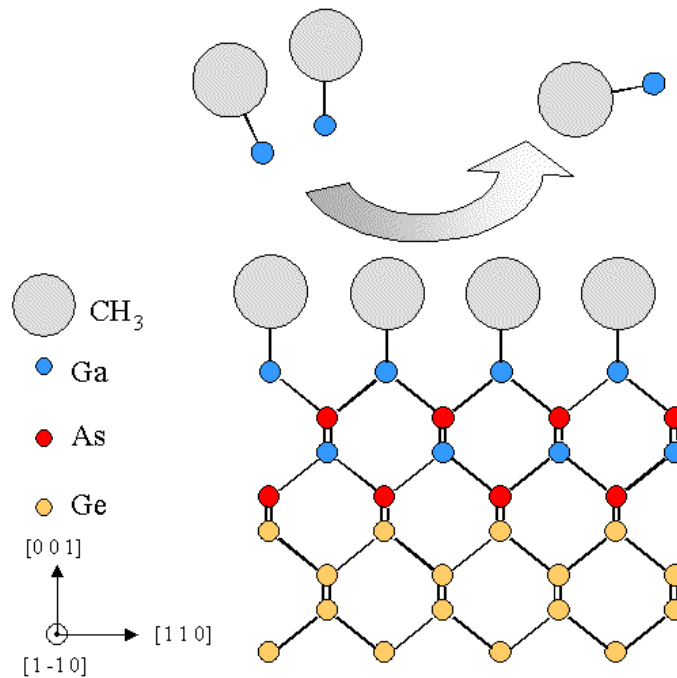


FIG. 2.30: Schéma illustrant la limitation d'incorporation du Ga pendant l'ALE.

Quand le nombre d'atomes est supérieur à celui nécessaire à la couverture de la surface, il n'y a plus d'adsorption en surface, du fait des radicaux CH_3 (figure 2.30). Il faut attendre le cycle d'arsine pour supprimer ces radicaux CH_3 et les remplacer par des atomes d'As.

Nous venons de voir que la rugosité dépendait fortement du flux de TMGa pendant l'ALE. Pour avoir une faible rugosité, le flux doit être suffisamment élevé (> 20 sccm) afin qu'il y ait suffisamment de Ga adsorbés pour recouvrir la surface. Notons que lorsque le flux de TMGa est trop important, la densité de parois augmente. Nous n'avons pas d'explications pour cette augmentation de la densité de parois avec le flux de TMGa. Pour la croissance du GaAs, un compromis est donc à faire entre rugosité et densité de parois d'inversion.

2.2.5 Temps de TMGa pendant l'ALE : effet sur la rugosité

La séquence de croissance des échantillons pour l'étude de l'effet du temps de TMGa pendant l'ALE est résumée dans le tableau 2.5. A 490°C , l'ALE comprend 20 cycles épitaxiés avec un temps t_{Ga} variable (0,02 à 0,16 min, $t_{\text{As}} = 0,10$ min), avec des flux de TMGa de 20 sccm. Après l'ALE, 60 nm de GaAs BT ont été épitaxiés avec un flux de TMGa de 30 sccm. Le temps de TMGa pendant l'étape d'ALE n'a pas d'influence sur la densité de dislocations émergentes (10^6 cm^{-2}) ni sur les parois d'inversion ($D_{\text{APB}} = 5,5 \mu\text{m}^{-1}$ et $\theta_{\text{AB}} = 40 \%$ quelque soit le temps t_{Ga}), mais a une influence sur la rugosité de la surface.

ALE					GaAs BT
T_{ALE} ($^{\circ}\text{C}$)	n_{cycles}	t_{Ga} (min)	t_{As} (min)	flux de TMGa (sccm)	e_{GaAsBT} (nm)
490	20	0,02 à 0,16	0,10	20	60

TABLE 2.4: Tableau récapitulatif des séquences pour l'étude du temps de TMGa dans l'ALE.

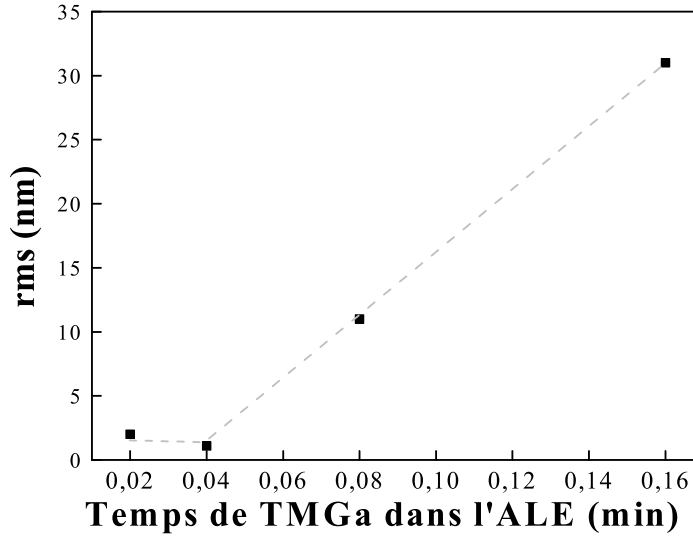


FIG. 2.31: Evolution de la rugosité en fonction du temps de TMGa durant l'étape d'ALE.

L'évolution de la rugosité en fonction du temps de TMGa dans l'ALE est décrite par le graphe de la figure 2.31. De $t_{Ga} = 0,02$ à $0,04$ min, la rugosité est constante ($\sigma_{rms} = 1,5$ nm). Pour des temps plus longs que $0,04$ min, la rugosité augmente fortement, jusqu'à 30 nm pour $t_{Ga} = 0,16$ min.

Discussion Quand le temps de triméthylgallium dans l'étape d'ALE est supérieur à $0,04$ min, la rugosité augmente. Dans la section 2.2.4, nous avons abordé l'effet des radicaux CH_3 sur la limitation de l'incorporation de Ga en surface (figure 2.30). L'étude sur l'influence du flux de TMGa a été réalisée à temps t_{Ga} fixe ($0,04$ min). Pour des temps suffisamment longs, les molécules de $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$ adsorbées peuvent se décomposer [8,13–15] et donner des atomes de Ga. Ainsi, d'autres molécules de $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$ peuvent s'adsorber à nouveau, et augmenter la rugosité. Kobayashi [8] a estimé à 10 s le temps à partir duquel une rugosification de la surface apparaissait pour une température de croissance de 470°C . Il souligne que ce temps se réduit quand la température augmente.

La durée du cycle de TMGa dans l'étape d'ALE a une influence sur la rugosité de la surface. Pour des temps longs, la rugosité aug-

mente, vraisemblablement du fait de l'élimination des radicaux CH_3 liés aux atomes de Ga, qui permettent l'adsorption de molécules de $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$ supplémentaires.

2.2.6 Epaisseur de GaAs BT après l'ALE : effet sur les parois d'inversion

Dans cette partie, nous voulons déterminer l'influence de l'épaisseur du GaAs basse température sur la densité de parois. Pour cela, différents échantillons ont été épitaxiés. La séquence est la suivante : 20 cycles d'ALE à 490°C ($t_{\text{Ga}} = 0,04$ min et $t_{\text{As}} = 0,10$ min), suivis d'une couche de GaAs BT d'épaisseur comprise entre 0 à 120 nm. Pour une autre série d'échantillons, une couche de GaAs haute température (GaAs HT) de 530 nm d'épaisseur a été épitaxiée en plus. Que ce soit sur les échantillons avec seulement l'étape d'ALE et du

ALE					GaAs BT
$T_{\text{ALE}} (^\circ\text{C})$	n_{cycles}	$t_{\text{Ga}} (\text{min})$	$t_{\text{As}} (\text{min})$	flux de TMGa (sccm)	$e_{\text{GaAsBT}} (\text{nm})$
490	20	0,04	0,10	20	0 à 120

TAB. 2.5: Tableau récapitulatif des séquences de croissance pour l'étude de l'épaisseur de GaAs BT.

GaAs BT ou sur ceux avec la couche de GaAs HT, la densité de dislocations émergentes est la même quelque soit l'épaisseur de la couche de GaAs BT (10^6 cm^{-2}).

L'épaisseur de GaAs BT n'a pas d'influence sur la rugosité au sein de chaque série d'échantillons : quelque soit l'épaisseur de GaAs BT, les échantillons avec ALE et GaAs BT ont une rugosité de l'ordre de 1,1 nm, et les échantillons avec ALE et GaAs BT et GaAs HT ont une rugosité de l'ordre de 2,6 nm.

Par contre, l'épaisseur de la couche de GaAs basse température a un effet sur les parois d'inversion comme décrit ci-dessous.

Dans ce qui suit, nous détaillons les évolutions de la densité de parois et de la fraction θ_{AB} pour les deux séries d'échantillons, afin de mettre en avant les mécanismes de suppression des parois d'inversion dans nos échantillons.

1) Evolution de la répartition des parois d'inversion dans les échantillons avec ALE et GaAs BT

Le graphe de la figure 2.32 représentant l'évolution de la densité de parois d'inversion (figure 2.32) met en évidence que dans le cas des échantillons sans GaAs HT, la densité de parois D_{APB} décroît quand l'épaisseur de GaAs BT augmente.

Remarque : l'estimation de D_{APB} pour 0 nm de GaAs BT a été faite d'après des images AFM. En effet, comme mentionné dans la section 1.4.3, la gravure par la solution de décoration chimique requiert une épaisseur de GaAs d'au moins 20 nm. Il n'était pas possible d'utiliser la décoration chimique pour estimer la densité de parois.

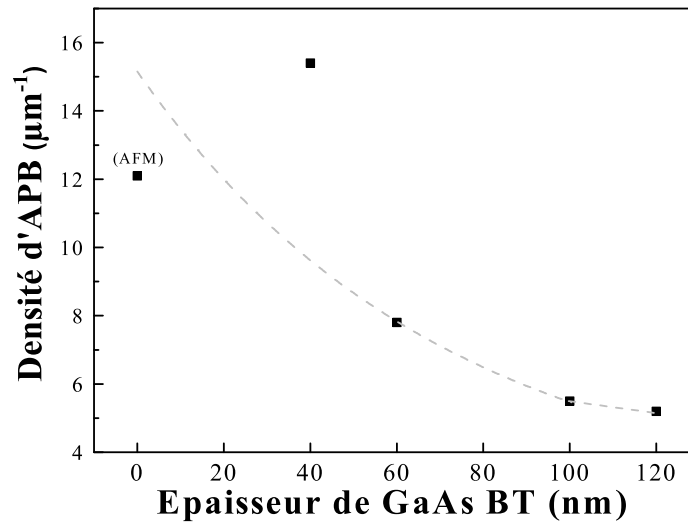


FIG. 2.32: Evolution de la densité de parois d'inversion en fonction de l'épaisseur de GaAs BT.

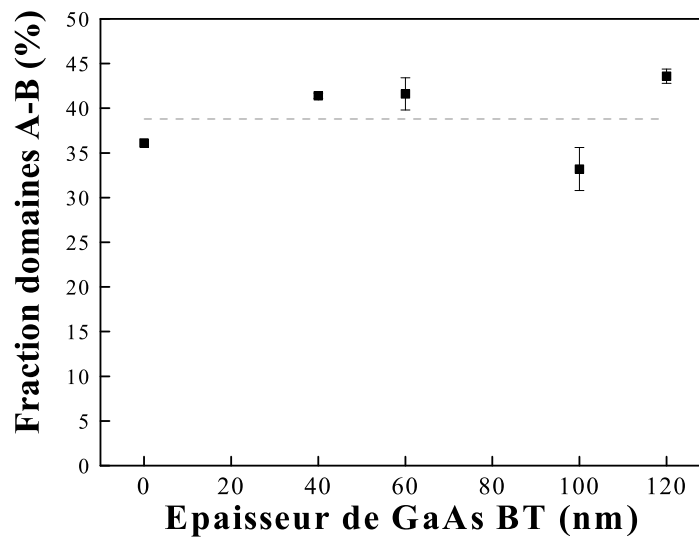


FIG. 2.33: Evolution de la fraction entre les deux orientations de domaines en fonction de l'épaisseur de GaAs BT.

La fraction entre les deux orientations de domaines, est constante ($\theta_{AB} = 40\%$) quelque soit l'épaisseur du GaAs BT (figure 2.33). Aucun domaine n'est privilégié.

2) Evolution de la répartition des parois d'inversion dans les échantillons avec ALE, GaAs BT, et GaAs HT L'évolution de la densité de parois d'inversion avec l'épaisseur de GaAs BT pour les échantillons comprenant une couche de GaAs HT est présentée figure 2.34.

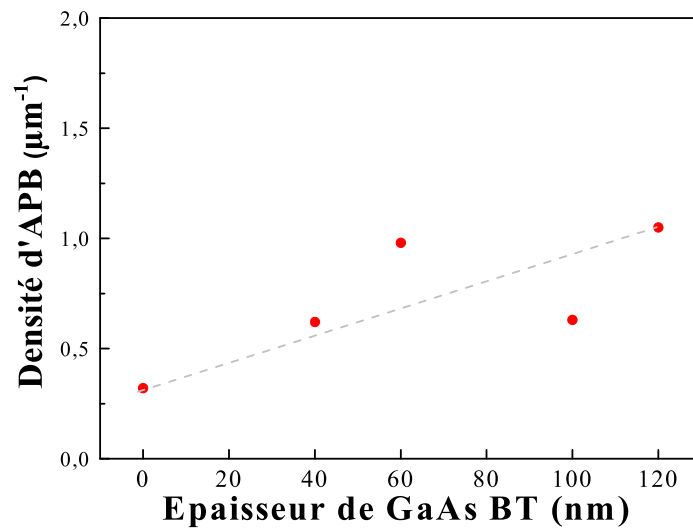


FIG. 2.34: Evolution de la densité de parois d'inversion en fonction de l'épaisseur de GaAs BT.

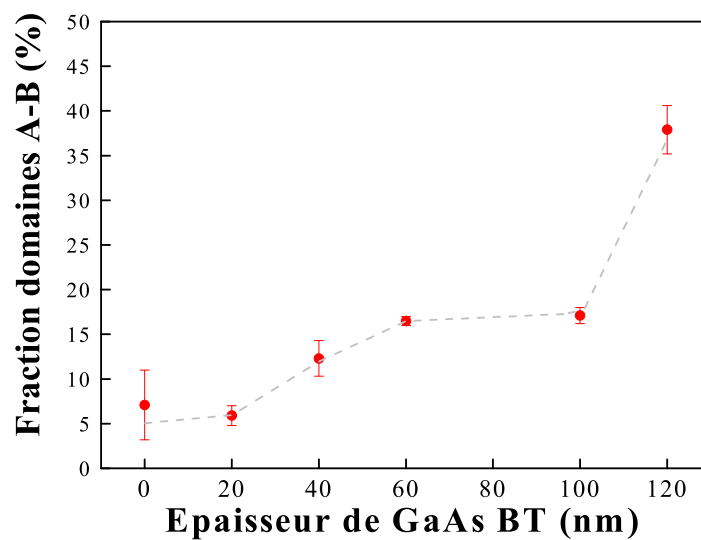


FIG. 2.35: Evolution de la fraction entre les deux orientations de domaines en fonction de l'épaisseur de GaAs BT.

L'ajout d'une couche de GaAs HT conduit à une réduction de la densité D_{APB} d'un facteur 6 à 10. On remarque aussi que la densité de parois augmente avec l'épaisseur de GaAs BT, ce qui est l'inverse du comportement observé figure 2.32.

L'évolution de la fraction de domaines en fonction de l'épaisseur de GaAs BT est donnée sur le graphe de la figure 2.35. La fraction θ_{AB} n'est pas constante. En effet, θ_{AB} est inférieure à 10% aux faibles épaisseurs de GaAs BT, puis augmente avec l'épaisseur de GaAs BT jusqu'à atteindre la valeur de 40%. Ce comportement signifie que, pour les faibles épaisseurs de GaAs BT lorsque du GaAs HT est épitaxié, une orientation de domaine est privilégié. On obtient ainsi du GaAs mono-domaine à 90%, c'est-à-dire que 90% de la surface sont formés par un même domaine.

3) Discussion Nous venons de voir que l'épaisseur de la couche de GaAs BT permet de favoriser une orientation de domaine dès lors que du GaAs HT est épitaxié ensuite. Pour comprendre pourquoi cela se passe uniquement quand du GaAs haute température est épitaxié à la suite du GaAs BT, il faut revenir à la définition des parois d'inversion et à l'étude de Li et Giling [16], décrite au paragraphe 1.2.3, sur l'auto-annihilation des parois d'inversion.

Lors de l'épitaxie d'un matériau polaire (GaAs) sur un matériau non polaire (Ge), une inversion entre les atomes de Ga et d'As peut se produire, conduisant à la formation de mauvaises liaisons Ga-Ga et/ou As-As. Ces mauvaises liaisons, qui forment les parois d'inversion, créent un excès d'énergie par rapport aux liaisons Ga-As du cristal de GaAs. Suivant son orientation, ie suivant le nombre de liaisons Ga-Ga et As-As, la paroi d'inversion présente des excès d'énergie différents par rapport aux liaisons Ga-As. Certaines orientations sont plus favorables, car elles induisent un excès d'énergie plus faible. C'est ainsi que les parois selon les plans $\{110\}$ sont plus favorables que selon les plans $\{112\}$, $\{111\}$, et $\{001\}$.

L'étude de Li et Giling montre que dès que les parois sont formées, elles tendent à s'orienter suivant les plans de plus faibles énergies (ici $\{110\}$). Ensuite, pour minimiser l'excès d'énergie introduit dans le cristal, la longueur des parois délimitant chaque domaine diminue, jusqu'à ce que les domaines disparaissent.

Revenons maintenant aux résultats des figures 2.32 et 2.33. Dans un premier temps, quand l'échantillon comprend uniquement le super-réseau d'ALE et la couche de GaAs BT, la densité de parois diminue lorsque l'épaisseur de GaAs BT augmente. Si l'on compare la surface d'un échantillon avec une faible épaisseur de GaAs BT, 40 nm (figure 2.36 (a)), avec celle d'un échantillon contenant 120 nm de GaAs BT (figure 2.36 (b)), on remarque que dans le cas de la faible épaisseur de GaAs BT, les domaines sont plus petits et plus nombreux. Comme la fraction de domaine θ_{AB} est constante quelque soit l'épaisseur de GaAs BT (figure 2.33), cette augmentation de la taille des domaines avec l'épaisseur de GaAs BT peut être attribuée au mécanisme d'auto-annihilation des parois décrit à la section 1.2.3.

Quand on rajoute du GaAs HT, d'une part la densité de parois diminue fortement,

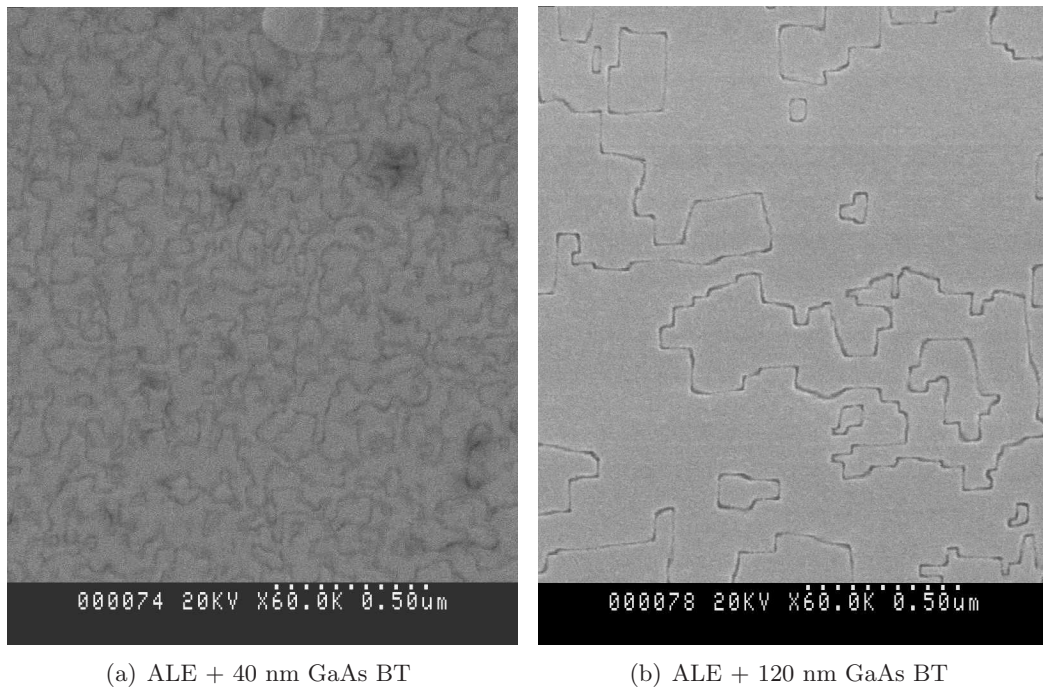


FIG. 2.36: *Parois d'inversion pour deux échantillons : ALE et 40 nm de GaAs BT (a), et ALE et 120 nm de GaAs BT (b) (MEB). Les domaines d'inversion sont plus petits et nombreux pour les faibles épaisseurs de GaAs BT.*

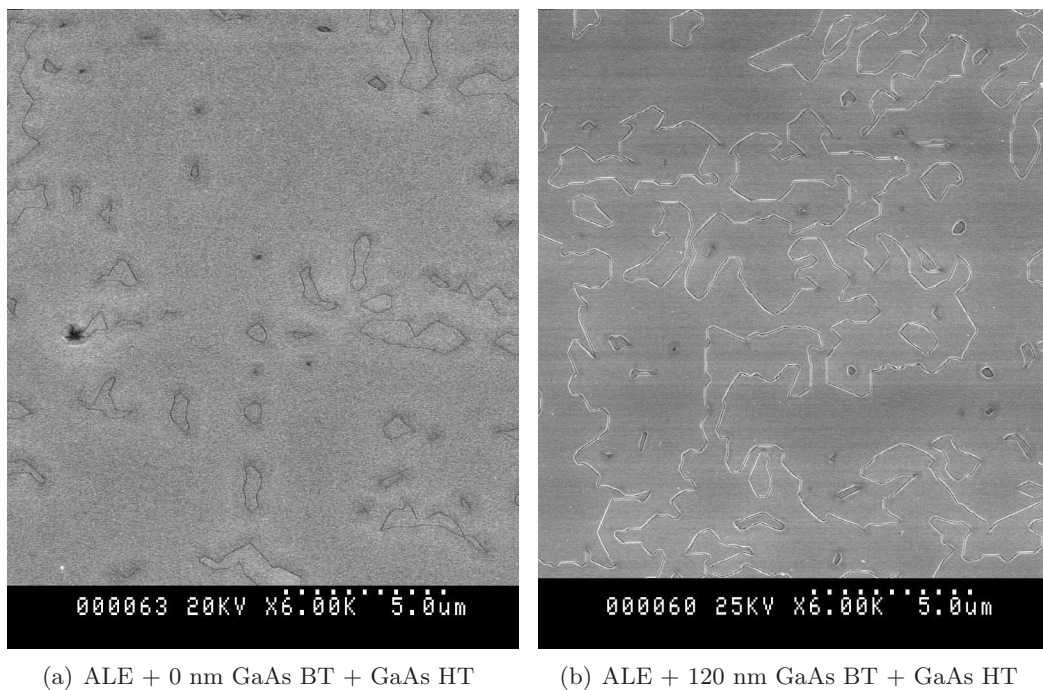


FIG. 2.37: *Parois d'inversion pour deux échantillons : ALE + 0 nm de GaAs BT + GaAs HT (a), et ALE + 120 nm de GaAs BT + GaAs HT (b) (MEB). Un domaine est privilégié quand l'épaisseur de GaAs BT est faible.*

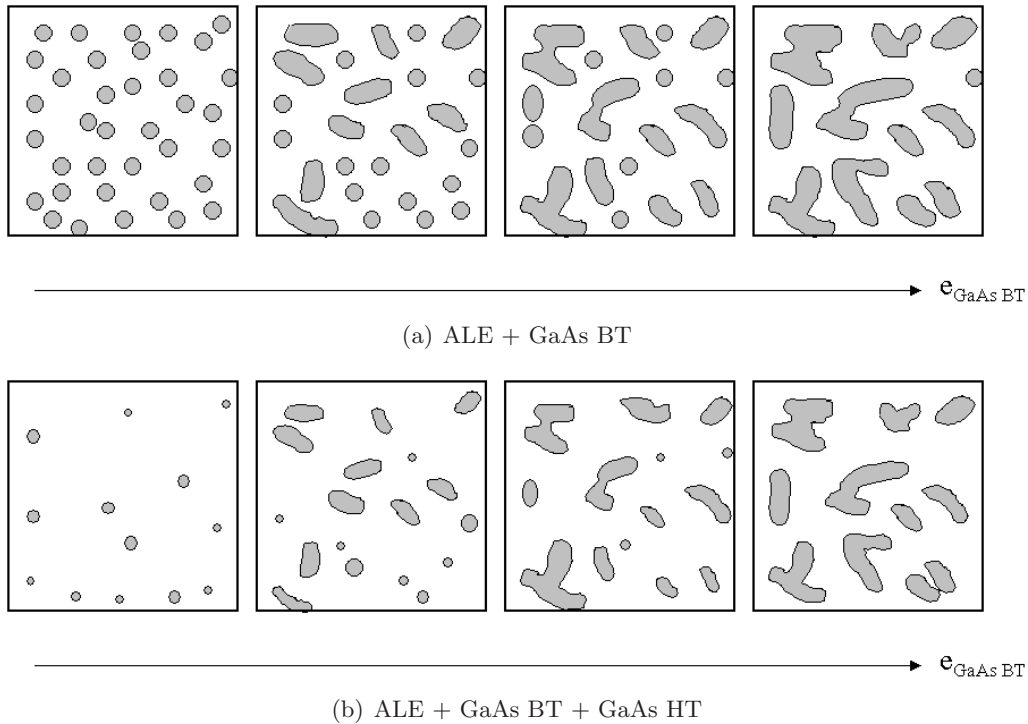


FIG. 2.38: Schématisation de l'évolution des APB avec l'épaisseur de GaAs BT pour les séquences ALE + GaAs BT (a) et ALE + GaAs BT + GaAs HT (b). Pour une même épaisseur de GaAs BT, en passant verticalement de (a) vers (b), on voit l'effet de la diminution de la longueur des parois d'inversion sur la fraction de domaine θ_{AB} .

et d'autre part on privilégie une orientation de domaines pour les faibles épaisseurs de GaAs BT. Comme θ_{AB} évolue, cela signifie que le mécanisme d'annihilation n'est plus deux parois qui se rencontrent (on vient de voir que cela ne changeait pas la valeur de θ_{AB}), mais plutôt la diminution de la longueur de parois due à la minimisation de l'excès d'énergie introduit dans le cristal de GaAs. Sur la figure 2.37, comme l'illustrent les deux images MEB de la surface d'échantillons avec 0 nm et 120 nm de GaAs BT, pour les faibles épaisseurs de GaAs BT, les domaines sont petits et peu nombreux, tandis qu'ils sont plus grands et plus nombreux pour les plus fortes épaisseurs de GaAs BT.

La figure 2.38 (b) schématise les surfaces que l'on peut observer pour des épaisseurs croissantes de GaAs BT. La différence entre les figures 2.38 (a) et 2.38 (b) explicite la variation de θ_{AB} . A haute température, l'énergie thermique est suffisante pour faire passer plus rapidement les parois d'inversion dans les plans $\{110\}$. Ainsi, d'après Li et Giling, étant donné que les parois sont dans les plans de plus basse énergie, la réduction du nombre de domaines se fait par une diminution de la longueur de parois. Comme les domaines sont plus petits pour les faibles épaisseurs de GaAs BT, la diminution de la longueur des parois délimitant ces domaines va entraîner la disparition de plus de domaines que pour de plus fortes épaisseurs de GaAs BT.

Pour vérifier si la forte diminution du nombre de parois d'inversion et le fait d'avoir un matériau quasi-monodomaine conduisaient à une amélioration des propriétés optiques du matériau, nous avons étudié l'intensité de photoluminescence d'un puits quantique d'In-GaAs/GaAs en fonction de l'épaisseur de GaAs BT (figure 2.39).

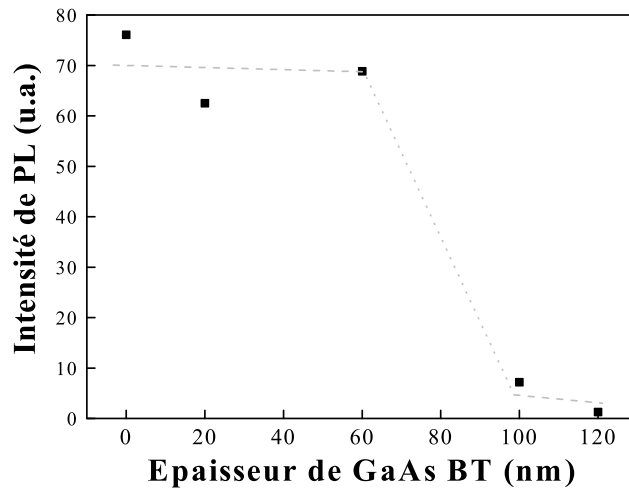


FIG. 2.39: Variation de l'intensité de photoluminescence en fonction de l'épaisseur de GaAs BT.

L'échantillon comprend un début de croissance avec le super-réseau d'ALE, une couche de GaAs BT, et une couche de GaAs HT comprenant la structure pour photoluminescence à base du puits quantique.

Il apparaît que l'intensité de photoluminescence est jusqu'à 10 fois plus importante pour les faibles épaisseurs de GaAs BT, inférieures à 60 nm, par rapport aux fortes épaisseurs de GaAs BT. Cette forte intensité de photoluminescence est attribuée à la faible densité de parois d'inversion.

Des évolutions de la densité de parois et de la fraction de domaines θ_{AB} avec l'épaisseur de GaAs BT après l'ALE, nous pouvons donner des éclaircissements quant aux mécanismes qui permettent la suppression des parois d'inversion. A basse température, la suppression est basée sur l'annihilation de deux parois qui se rencontrent. A haute température, elle est *principalement* gouvernée par la diminution de la longueur des parois, pour minimiser l'excès d'énergie introduit dans le cristal par les mauvaises liaisons Ga-Ga et/ou As-As de la paroi d'inversion.

Remarque : dans le paragraphe qui précède, « principalement » signifie que le passage des parois d'inversion dans les plans {110} n'est pas instantané. Les domaines se rejoignent tout de même pour former de plus grands domaines. Cela se traduit par le fait que les domaines observés pour les échantillons avec ALE + GaAs BT + GaAs HT sont plus grands que pour les échantillons sans GaAs HT. (figures 2.36 et 2.37).

2.2.7 Conclusion sur l'étude des paramètres de l'ALE

Nous avons réalisé une étude systématique des paramètres de l'étape d'épitaxie par couche atomique. Nous avons ainsi étudié les effets du nombre de cycles de l'étape d'ALE, de la température de l'ALE, du flux et du temps de triméthylgallium, ainsi que de l'épaisseur de GaAs BT après le super-réseau de l'ALE sur la densité de dislocations émergentes, la rugosité, et les parois d'inversion.

Le nombre de cycles du super-réseau a une influence sur la densité de parois. Quand le nombre de cycles augmente, la densité de parois tend à diminuer. L'introduction du super-réseau conduit à une réduction de la densité de dislocations émergentes du GaAs. Toutefois, du fait de la répartition inhomogène des dislocations à la surface, nous ne pouvons donner qu'une densité moyenne de 10^6 cm^{-2} pour 10 et 20 cycles.

La rugosité de surface et la densité de parois d'inversion évoluent en fonction de la température de l'ALE. Au-dessus de $510 \text{ }^\circ\text{C}$, la rugosité augmente fortement du fait de la formation d'amas de Ga au niveau du super-réseau. La diminution de la densité de parois semble être corrélée à un relief en formes de boules après le super-réseau de l'ALE (pour les températures de 450 et $530 \text{ }^\circ\text{C}$).

Pour avoir une faible rugosité, le flux de TMGa doit être suffisant pour que la surface soit totalement recouverte de Ga à chaque cycle, et le temps de TMGa doit être suffisamment court pour éviter l'adsorption de molécules de $\text{Ga}(\text{CH}_3)_x$ supplémentaires.

L'épaisseur de la couche de GaAs BT après l'étape d'ALE a une influence sur les parois d'inversion. Quand l'épaisseur de GaAs BT est réduite, et que du GaAs HT est épitaxié, les domaines d'inversion (petits et nombreux) disparaissent rapidement grâce aux mouvements des parois d'inversion qui tendent à minimiser l'excès d'énergie introduit dans le cristal de GaAs, conduisant ainsi à un matériau mono-domaine à 90 %.

2.3 Conclusion

Au cours de ce chapitre, nous avons vu que l'introduction d'une méthode originale d'épitaxie (l'épitaxie par couche atomique) en début de croissance, permettait de réduire les défauts liés à l'épitaxie standard par EPVOM. La croissance conventionnelle à haute température conduit à une forte rugosité (trous en surface), et bien que la croissance à basse température supprime la formation des trous, la densité de parois d'inversion est augmentée du fait de la plus faible longueur de diffusion des atomes en surface. Au début

de la croissance, l'épitaxie par couche atomique à basse température, où les précurseurs arrivent alternativement à la surface du substrat, permet grâce à une plus grande longueur de diffusion des atomes à la surface de l'échantillon de supprimer les trous à la surface du GaAs tout en diminuant la densité de parois, en comparaison du départ conventionnel à basse température.

Une étude des paramètres de l'ALE nous a permis de déterminer l'impact de ceux-ci sur la morphologie de surface et la densité de défauts (dislocations et parois d'inversion) du matériau. Le super-réseau d'ALE a pour effet de réduire la densité de dislocations émergentes, par rapport à celle du pseudo-substrat. La température T_{ALE} , le flux et le temps de TMGa influent sur la rugosité. Pour une surface de faible rugosité, il faut se placer à basse température ($< 510^{\circ}\text{C}$), avec un flux de TMGa assez important (> 20 sccm) pour couvrir toute la surface, et un temps court ($< 0,04$ min) pour éviter la rupture des radicaux CH_3 . Nous avons aussi vu que la densité de parois d'inversion diminuait avec l'épaisseur de GaAs. Une diminution supplémentaire de la densité de parois, jusqu'à obtenir un matériau mono-domaine à 90%, est possible en réduisant l'épaisseur de la couche de GaAs basse température en-dessous de 60 nm après le super-réseau de l'ALE, et en épitaxiant par-dessus du GaAs haute température.

Bibliographie

- [1] G. B. Stringfellow
Organometallic vapor-phase epitaxy : *theory and practice*
Academic Press, p363 (1999)
- [2] M. Razeghi
The MOCVD challenge, volume 2 : a survey on GaInAsP-GaAs for photonic and electronic device applications
Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia (1995)
- [3] G. Saint-Girons
Épitaxie en phase vapeur aux organométalliques et caractérisations structurales et optiques de boîtes quantiques d'In(Ga)As pour l'émission autour de 1,3 μm sur substrat de GaAs
Thèse de doctorat, (2002)
- [4] J-P. Debray
Croissance par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques de structures à cavités verticales pour télécommunications optiques
Thèse de doctorat, (1997)
- [5] W. Reichert, R.M. Cohen
Lateral OMVPE growth of GaAs on patterned substrates
J. Cryst. Growth **220** (4), p364 (2000)
- [6] P.R. Tavernier, D.R. Clarke
Progress toward making gallium nitride seed crystals using hydride vapor-phase epitaxy
J. Am. Ceram. Soc. **85** (1), p49 (2002)
- [7] T. Suntola
Atomic Layer Epitaxy
Handbook of crystal growth, vol 3, chap. 14, Hurler, Elsevier Science (1994)
- [8] N. Kobayashi, Y. Kobayashi, Y. Yamauchi, Y. Horikoshi
In situ optical monitoring of the decomposition process of gaseous sources in MOCVD and ALE
Appl. Surf. Sci. **60-61**, p544 (1992)

- [9] Y. Horikoshi
Advanced epitaxial growth techniques : atomic layer epitaxy and migration-enhanced epitaxy
J. Cryst. Growth **201-202**, p150 (1999)
- [10] J. Nishizawa, T. Kurabayashi
Growth kinetic study in GaAs molecular layer epitaxy in TMGa/AsH₃ system
J. Cryst. Growth **93**, p98 (1988)
- [11] Y. Yamauchi, N. Kobayashi, Y. Horikoshi
In situ optical observation of surface kinetics during GaAs metalorganic chemical vapor deposition
Jap. J. Appl. Phys. **30** (5B), pL918 (1991)
- [12] A. Georgakilas, J. Stoemenos, K. Tsagaraki, Ph. Komninou, N. Flevaris, P. Panayotatos, A. Christou
Generation and annihilation of antiphase domain boundaries in GaAs on Si grown by molecular beam epitaxy
J. Mat. Res. **8** (8), p1908 (1993)
- [13] N. Kobayashi, Y. Yamauchi, Y. Horikoshi
In situ monitoring of pyrolysis process on substrate surface in GaAs MOCVD
J. Cryst. Growth **115**, p353 (1991)
- [14] N. Kobayashi, Y. Horikoshi
Pyrolysis of TMGa on (001) GaAs surface investigated by surface photo-absorption
Jap. J. Appl. Phys. **30** (3A), pL319 (1991)
- [15] J. Wisser, P. Czuprin, D. Grundmann, P. Balk, M. Waschbüsch, R. Lückcrath, W. Richter
GaAs epitaxy using alternate pulses in a standard LP-MOVPE reactor
J. Cryst. Growth **107**, p111 (1989)
- [16] Y. Li, L.J. Giling
A closer study on the self-annihilation of antiphase boundaries in GaAs epilayers
J. Cryst. Growth **163**, p203 (1996)

Chapitre 3

Structures à puits quantiques et à boîtes quantiques

Au cours du chapitre 2, nous avons vu qu'une optimisation de la séquence de croissance (notamment en utilisant l'épitaxie par couche atomique à basse température en début de croissance) permet de réduire la rugosité du GaAs épitaxié sur pseudo-substrat de Ge/Si ($\sigma_{rms} = 1,0$ nm), ainsi que la densité de parois d'inversion ($D_{APB} = 0,3 \mu\text{m}^{-1}$) et de dislocations émergentes ($D_{dislo} = 10^6 \text{ cm}^{-2}$). Dans ce chapitre, nous allons étudier les propriétés de photoluminescence de puits quantiques (PQ) et de boîtes quantiques (BQ) épitaxiés sur les pseudo-substrats de Ge/Si. Les puits et boîtes quantiques sont couramment utilisés dans la zone active des composants optoélectroniques, et il est intéressant d'étudier les effets des parois d'inversion sur les propriétés optiques de ces structures. Après un bref rappel sur les puits et boîtes quantiques, et sur leurs propriétés optiques liées au confinement des porteurs, nous aborderons l'étude de la photoluminescence de structures à base d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs épitaxiées sur pseudo-substrats. Nous mettrons en avant l'influence des parois sur l'intensité et l'énergie de photoluminescence du puits. Ensuite, dans le cas des boîtes quantiques, nous étudierons la séquence de croissance des îlots d'In(Ga)As/GaAs épitaxiés sur pseudo-substrat de Ge/Si (001), et nous regarderons aussi l'effet des parois sur l'intensité de photoluminescence des boîtes. Enfin, dans une dernière partie, nous proposerons une modélisation de la dynamique des porteurs dans les boîtes quantiques, basée sur une étude de la photoluminescence en fonction de la température des boîtes, pour expliquer le rôle des parois d'inversion dans la diminution de l'intensité de photoluminescence.

3.1 Rappels sur les puits quantiques et les boîtes quantiques

Dans un matériau massif, comme le cristal de GaAs, les porteurs peuvent se déplacer dans les trois directions de l'espace. Il est possible de quantifier l'énergie des porteurs en restreignant leur déplacement, suivant une ou plusieurs directions de l'espace, sur une distance inférieure à la longueur d'onde λ de de Broglie [1] :

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m^*E}}$$

où

h est la constante de Planck

m^* est la masse effective de l'électron ou du trou

E est l'énergie du porteur.

Typiquement, λ est de l'ordre de la dizaine de nanomètres.

Les progrès des techniques de l'épitaxie depuis la fin des années 1960 ont permis dès 1974 l'observation des effets de la réduction de la dimensionnalité [2, 3]. Considérons un puits quantique de GaAs/ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. Dans cette structure, les porteurs sont confinés dans le matériau de petit *gap*, le puits de GaAs, entre des barrières d'un matériau de plus grand *gap*, l' $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. La figure 3.1 montre un schéma de la structure. L'énergie des

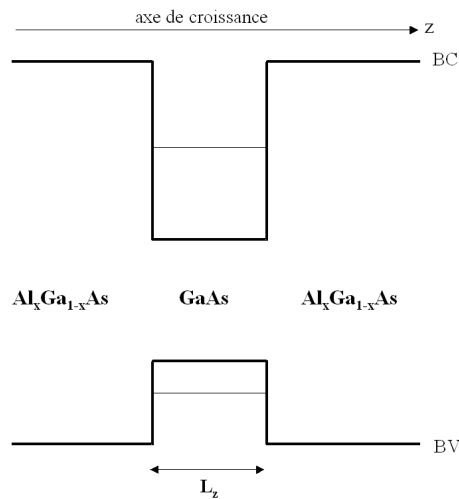


FIG. 3.1: Schématisation d'une structure à puits quantique. BC est la bande de conduction, BV est la bande de valence. L_z est l'épaisseur du puits.

électrons est discrétisée suivant l'axe de croissance z . Le déplacement des porteurs dans le plan (x,y) , plan du puits, est libre. L'énergie des électrons, par rapport au bas de la bande de conduction est donnée, dans le cas de barrières infinies, par la relation

$$E = E_x + E_y + E_z = \frac{\hbar^2}{2m_e^*} \left(k_x^2 + k_y^2 + \frac{n^2 \pi^2}{L_z^2} \right)$$

où

k_i est le vecteur d'onde dans la direction i

L_z est la largeur du puits

m_e^* est la masse effective de l'électron

n est un entier non nul.

A la fin des années 1980, les études se sont portées vers la réduction de la dimensionnalité dans le plan de croissance. Dans le cas d'un fil quantique, le déplacement des porteurs est

limité dans deux directions de l'espace. L'énergie des électrons est alors, pour des barrières infinies, donnée par

$$E = E_x + E_y + E_z = \frac{\hbar^2}{2m_e^*} \left(k_x^2 + \frac{m^2 \pi^2}{L_y^2} + \frac{n^2 \pi^2}{L_z^2} \right)$$

où

k_x est le vecteur d'onde dans la direction x

L_y et L_z sont les dimensions du fil

m_e^* est la masse effective de l'électron

m et n sont des entiers non nuls.

Les boîtes quantiques permettent un confinement des porteurs dans les trois directions de l'espace. L'énergie des électrons par rapport au bas de la bande de conduction, pour une boîte quantique cubique et des barrières infinies, est donnée par

$$E = E_x + E_y + E_z = \frac{\hbar^2}{2m_e^*} \left(\frac{p^2 \pi^2}{L_z^2} + \frac{m^2 \pi^2}{L_y^2} + \frac{n^2 \pi^2}{L_x^2} \right)$$

où

L_x , L_y , et L_z sont les dimensions de la boîte

m_e^* est la masse effective de l'électron

m, n, et p sont des entiers non nuls.

La figure 3.2 compare, pour les quatre cas (matériau massif, puits quantique, fil et boîtes quantiques), l'allure de la densité d'états électroniques et la relation de dispersion. On remarque que pour les boîtes quantiques, la densité d'états électroniques est discrète¹. L'intérêt des boîtes quantiques pour les applications optiques réside dans leur spectre d'émission discret, et accordable (l'énergie d'émission étant fonction de la taille de la boîte et du matériau utilisé).

Remarque : pour l'étude des effets des parois d'inversion dans des structures à boîtes quantiques à la section 3.4, il faudra également tenir compte du continuum d'états électroniques associé à la couche de mouillage² (figure 3.3).

Dans les deux sections suivantes, nous traitons des propriétés de photoluminescence de structures à puits quantique et boîtes quantiques épitaxiées sur pseudo-substrat de Ge/Si.

¹D'où le nom d'*atomes artificiels* parfois donné aux boîtes quantiques, par analogie avec les atomes pour lesquels la densité d'états électroniques est discrète.

²Pour comprendre l'origine de la couche de mouillage, se reporter à la section 3.3.1 qui traite de la nucléation des boîtes quantiques. La couche de mouillage est le résidu de la couche bi-dimensionnelle qui se forme lors de la croissance dans le mode de Stranski-Krastanov.

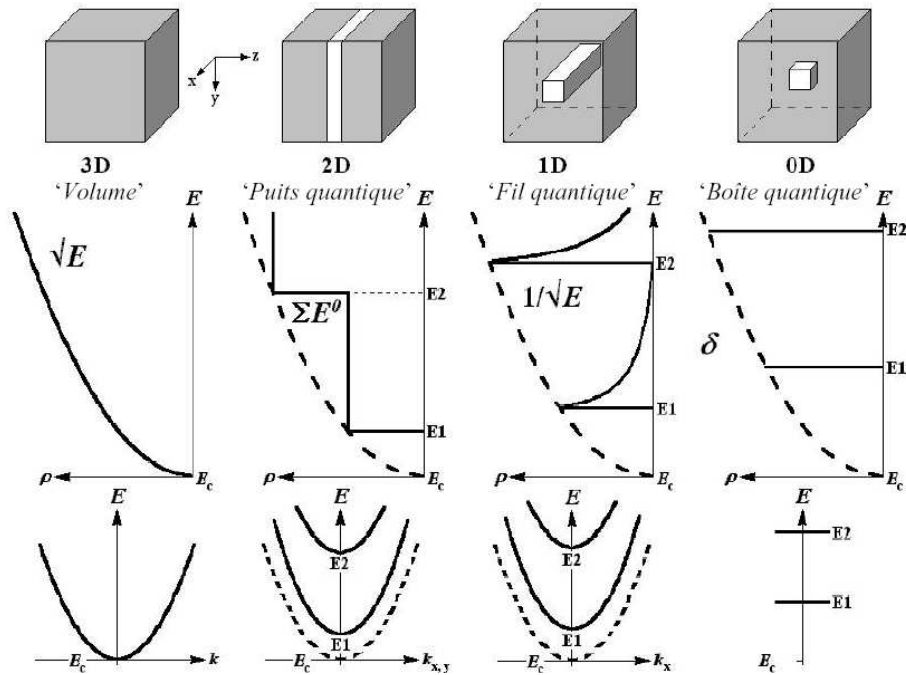


FIG. 3.2: Densité d'états électroniques ρ et relation de dispersion en fonction de la dimensionnalité [4].

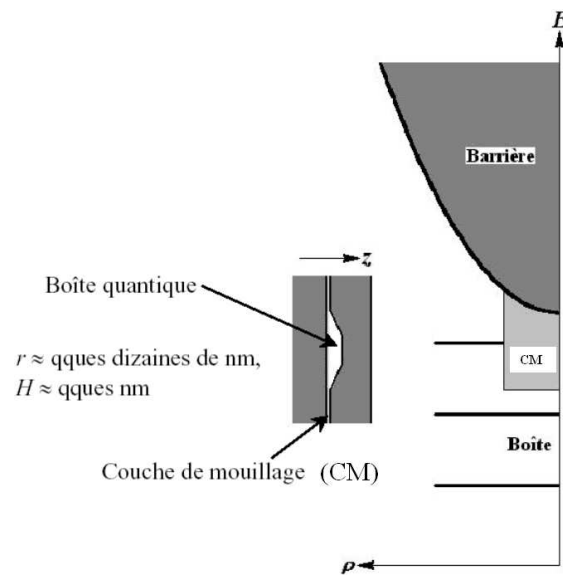


FIG. 3.3: Schéma d'une boîte quantique « réaliste » et densité d'états électroniques associée [4].

3.2 Puits quantiques d'InGaAs/GaAs

Cette section est consacrée à l'étude des propriétés optiques d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs épitaxié sur pseudo-substrat. Pour caractériser les différences entre les puits quantiques réalisés sur substrat de GaAs et ceux réalisés sur pseudo-substrat de Ge/Si (001), nous avons aussi utilisé un pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté

et un substrat de Ge pur désorienté. Après un descriptif des substrats utilisés, nous étudierons les spectres de photoluminescence de structures contenant un puits quantique d'InGaAs/GaAs, pour identifier les origines des différences (intensité de photoluminescence, énergie d'émission du puits, énergie d'émission du GaAs) entre les quatre substrats.

3.2.1 Description des substrats

Pour cette étude, nous avons utilisé quatre types de substrats. Un substrat de GaAs qui nous servira de référence, le PS de Ge/Si (001), le pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté qui permet d'empêcher la formation de parois d'inversion, et un substrat de Ge pur désorienté qui permet de ne pas avoir de parois et de ne pas subir l'influence du silicium.

1) Substrat de GaAs

Pour pouvoir quantifier la qualité optique du matériau, nous avons pris comme référence une structure épitaxiée sur un substrat de GaAs (001). Cette structure est épitaxiée dans les mêmes conditions que celles réalisées sur les autres substrats, mais sans étape d'ALE ni de GaAs basse température.

2) Pseudo-substrat de Ge/Si (001)

Ce pseudo-substrat a déjà été décrit à la section 1.4 du chapitre 1. Il est constitué d'une couche de Ge monocristallin de 1 à 2 μm d'épaisseur déposée par VPE sur un substrat de silicium orienté suivant le plan (001), à ST Microelectronics. Une étape de polissage mécano-chimique permet d'obtenir une rugosité comparable à un substrat de GaAs ($\sigma_{rms} < 0,3 \text{ nm}$).

3) Pseudo-substrat de Ge/SiGe/Si désorienté

Ce pseudo-substrat a aussi été décrit à la section 1.4 du chapitre 1. Il est constitué d'une couche graduelle de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, où la composition x en germanium varie de 0 à 100% en augmentant de 10% tous les microns, épitaxiée sur un substrat de Si (001) désorienté de 6° vers $\{111\}$. Une couche de germanium pur de 1 μm est finalement épitaxiée au-dessus de la couche graduelle. Aucune étape de polissage ne suit la croissance du pseudo-substrat ($\sigma_{rms} = 3,6 \text{ nm}$).

4) Substrat de Ge pur désorienté

Ce substrat de Ge (001) désorienté de 6° vers $\{111\}$ est acheté dans le commerce à Geo-Semiconductor. Il servira de référence, car étant désorienté il n'y aura pas de parois d'inversion, et étant en Ge pur la structure ne subira pas l'influence du silicium lors de la descente en température. Sa rugosité est de 0,3 nm. La densité de dislocation émergentes

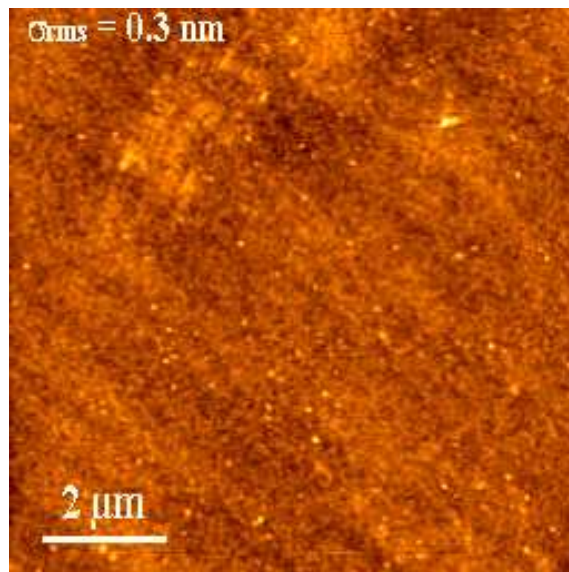


FIG. 3.4: Image AFM de la surface du substrat de Ge pur.

annoncée par le fabricant est inférieure à $3 \times 10^2 \text{ cm}^{-2}$. Par révélation chimique des dislocations émergentes avec la solution au diode, nous avons vérifié que la densité de dislocations était effectivement très faible.

En résumé, nous disposons de quatre substrats :

- un substrat de GaAs (001) qui sert de référence
- un PS de Ge/Si (001)
- un PS de Ge/SiGe/Si (001) désorienté de 6° vers $\{111\}$, pour supprimer l'effet des parois d'inversion
- un substrat de Ge (001) désorienté de 6° vers $\{111\}$, pour s'affranchir des parois d'inversion et de l'influence du Si.

3.2.2 Spectres de photoluminescence

Cette section détaille l'étude de la photoluminescence des puits quantiques d'InGaAs épitaxiés sur les quatre types de substrats présentés précédemment. Après une description de l'effet sur l'intensité de photoluminescence de l'épitaxie du puits sur pseudo-substrat de Ge/Si, nous examinons les causes du décalage de l'énergie d'émission du puits quantique et du GaAs.

Le puits quantique étudié est un puits d'InGaAs dans des barrières de GaAs. La composition en indium x_{In} du puits visée est de 20%. La figure 3.5 décrit la structure des échantillons.

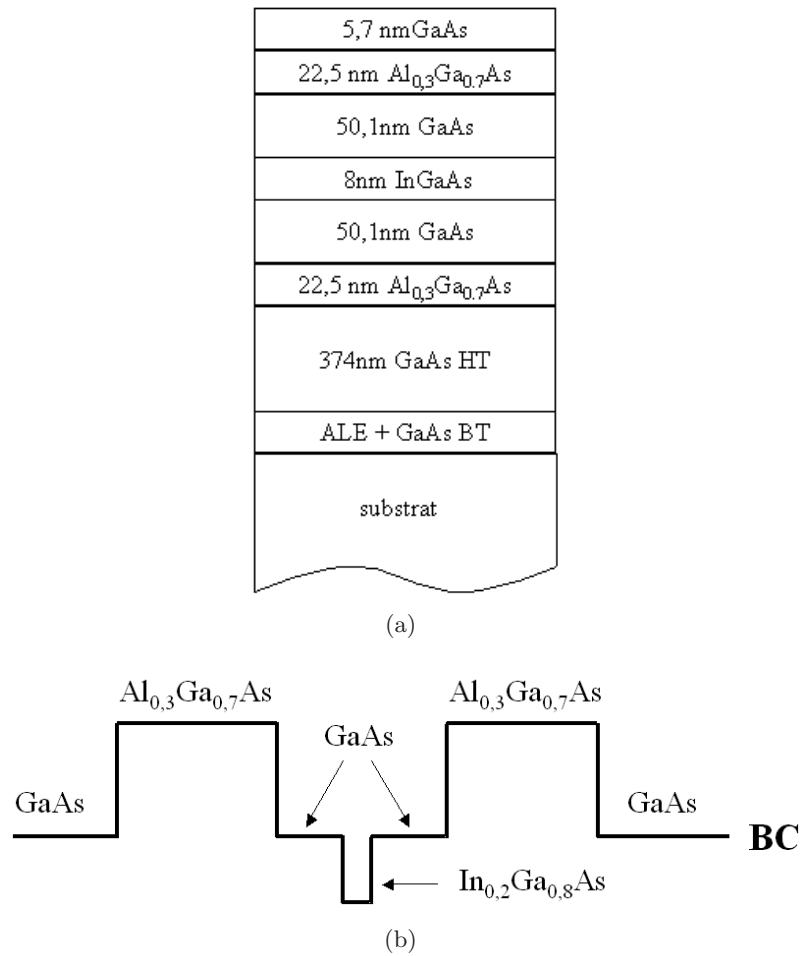


FIG. 3.5: Structure des échantillons à base d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs (a) et schéma de la bande de conduction au niveau du puits (b).

Des couches d' $\text{Al}_{0,3}\text{Ga}_{0,7}\text{As}$ placées de part et d'autre du puits servent au confinement des porteurs dans la région du puits. Le démarrage de la croissance (ALE) est effectué à 490°C et l'épaisseur de GaAs basse température est de 80 nm. Ensuite, la température est augmentée jusqu'à 650°C pour réaliser la structure de photoluminescence à puits quantique.

La gravure des échantillons dans la solution de décoration chimique a révélé des parois d'inversion ($D_{APB} = 0,47 \mu\text{m}^{-1}$) uniquement sur le pseudo-substrat (001) (figure 3.6). Les deux substrats désorientés ne présentent pas de parois, et ce, jusqu'à une vingtaine de nanomètres de l'interface GaAs/Ge.

Nous avons comparé l'intensité de photoluminescence de ces structures à puits quantique d'InGaAs/GaAs. Le principe de la photoluminescence ainsi que le montage optique utilisé sont décrits à l'annexe E. Les spectres ont été obtenus à température ambiante, par excitation d'un laser émettant en continu à 532 nm et à faible puissance (de l'ordre de $10 \mu\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$) (figure 3.7).

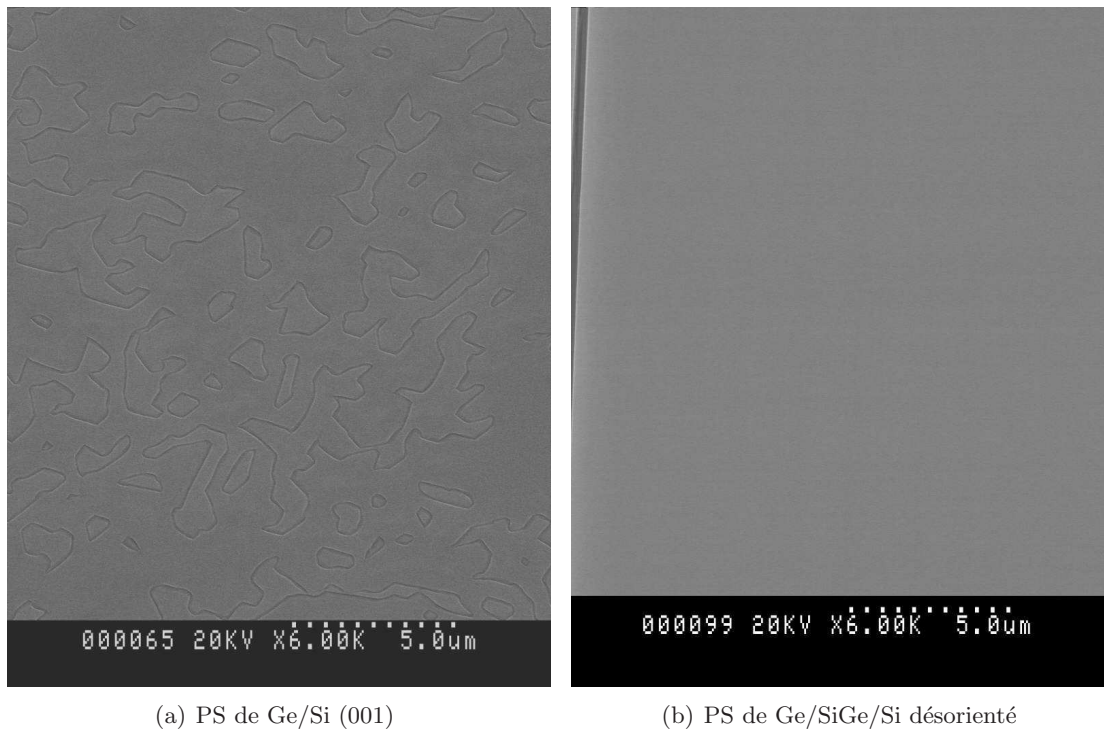


FIG. 3.6: Surfaces après révélation par décoration chimique des parois d'inversion des échantillons pour photoluminescence épitaxié sur PS de Ge/Si (001) (a) et PS de Ge/SiGe/Si désorienté (b) (MEB). L'échantillon sur PS désorienté ne présente pas de parois d'inversion.

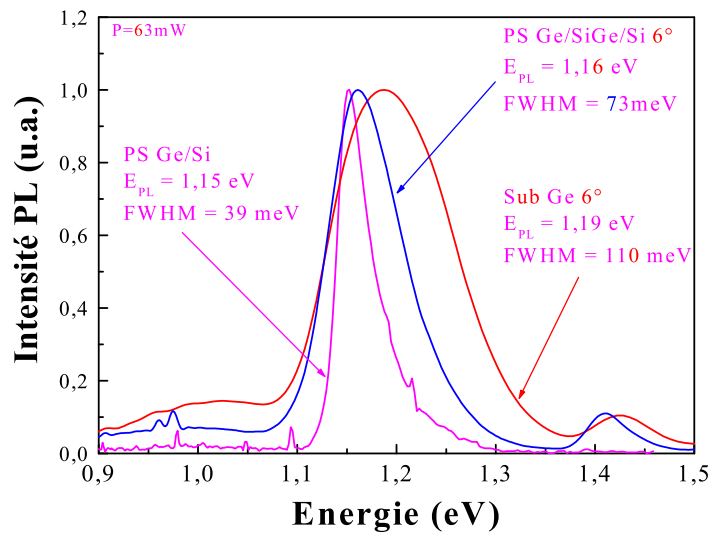


FIG. 3.7: Spectres de photoluminescence d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs sur substrat de Ge, PS de Ge/SiGe/Si, et sur PS de Ge/Si. Les intensités ont été normalisées à 1.

Le graphe de la figure 3.7 représente l'intensité de photoluminescence du puits quantique en fonction de l'énergie sur substrat de Ge désorienté, sur PS de Ge/SiGe/Si désorienté et sur PS de Ge/Si (001). Les trois spectres ont été relevés à la même puissance d'excitation. Les intensités sur les trois types de substrats sont comparables. Sur le graphe, les intensités ont été normalisées à 1. Le pic centré entre 1,15-1,19 eV correspond à la transition fondamentale du puits quantique d'InGaAs/GaAs. L'échantillon épitaxié sur PS de Ge/Si (001) présente un pic fin, avec une largeur à mi-hauteur FWHM de 39 meV, et une énergie de 1,15 eV. Sur substrats désorientés, les pics sont plus larges que sur le substrat (001). La largeur à mi-hauteur plus importante peut provenir d'interfaces moins abruptes du puits quantique à cause de la désorientation du substrat.

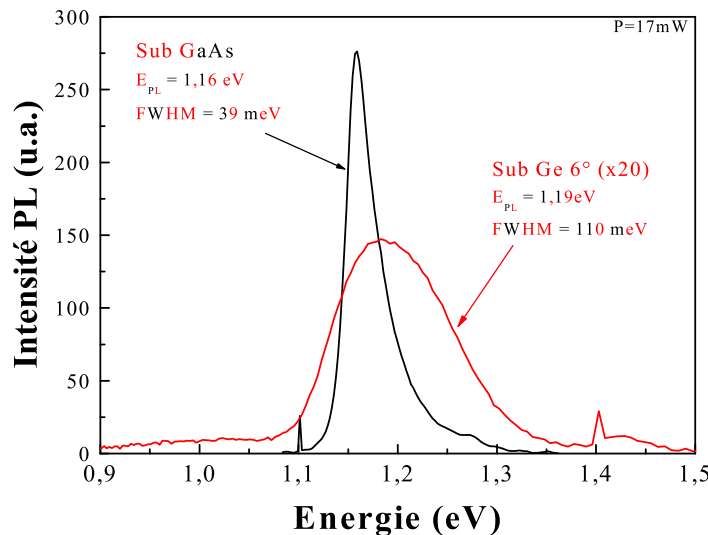


FIG. 3.8: Comparaison de l'intensité de photoluminescence du puits sur substrat de Ge avec la référence sur substrat de GaAs.

Le graphe de la figure 3.8 montre la comparaison de la photoluminescence du puits quantique sur le substrat de Ge désorienté avec le substrat de GaAs. Sur le substrat de Ge, l'intensité du pic de photoluminescence est réduite d'un facteur 40 par rapport à celle mesurée sur substrat de GaAs. Cette diminution de l'intensité de photoluminescence et l'élargissement du pic peuvent provenir d'interfaces rugueuses du puits quantique du fait de la désorientation du substrat de Ge. La séquence de croissance de la structure n'a pas été optimisée pour les substrats désorientés. A cela s'ajoute le fait que sur substrat de Ge, le GaAs est contraint.

Le pseudo-substrat de Ge/Si (001) apparaît comme un bon candidat pour l'intégration monolithique de sources émettrices de lumière sur silicium : le puits quantique épitaxié sur ce substrat présente,

en dépit des parois d'inversion, une faible largeur à mi-hauteur et une intensité de photoluminescence comparable à celle sur substrat désorienté. Gardons toutefois en mémoire que l'intensité de photoluminescence d'un puits quantique sur pseudo-substrat est 40 fois plus faible que sur substrat de GaAs.

1) Décalage de l'énergie d'émission du puits d'InGaAs : incorporation de l'indium

Nous venons de voir sur les figures 3.7 et 3.8 que la position en énergie du pic du puits quantique d'InGaAs/GaAs sur le pseudo-substrat de Ge/Si (001) était la même que celle de la référence sur substrat de GaAs. Cette observation est une coïncidence. En effet, la figure 3.9 montre que pour une même séquence de croissance du puits quantique, son énergie d'émission dépend des conditions dans lesquelles l'ALE et le GaAs BT ont été réalisés.

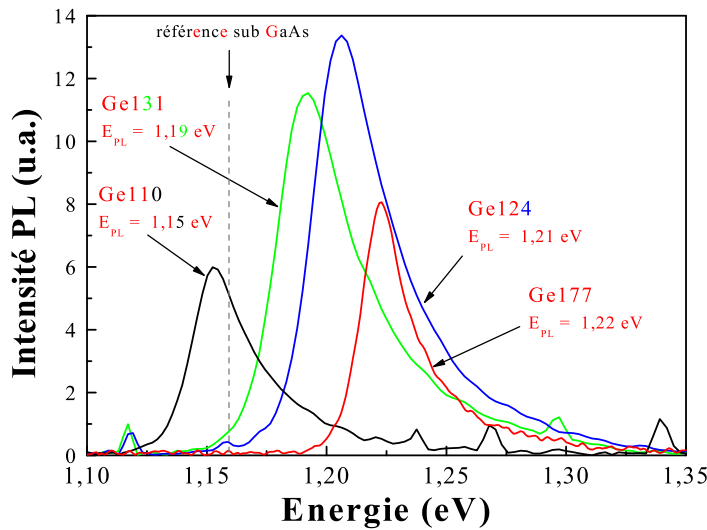


FIG. 3.9: Décalage du pic du PQ d'InGaAs/GaAs pour différents échantillons (référence sur substrat de GaAs à $E_{PL} = 1,16$ eV).

Pour ces quatre échantillons, la séquence pour la couche de GaAs HT, les barrières d'AlGaAs et de GaAs, ainsi que le puits d'InGaAs sont identiques. Le tableau 3.1 résume les conditions de reprise de croissance pour les quatre échantillons.

La température de l'ALE et l'épaisseur de la couche de GaAs basse température sont les deux seuls paramètres qui varient.

échantillon	n_{cycles}	T_{ALE} (°C)	flux TMGa (sccm)	t_{Ga} (min)	e_{GaAsBT} (nm)
Ge110	20	490	20	0,04	80
Ge124	20	510	20	0,04	60
Ge131	20	490	20	0,04	60
Ge177	20	470	20	0,04	60

TAB. 3.1: Récapitulatif des données pour les différents départs de croissance pour les échantillons de la figure 3.9.

Sur le graphe de la figure 3.9, on remarque que la position du pic de PL peut varier de 70 meV lorsque les conditions de début de croissance varient. Ce décalage peut provenir d'une variation de l'épaisseur et/ou de la composition en indium du puits quantique. Dans la suite, nous avons tenté de mieux comprendre ce décalage en énergie du pic de photoluminescence.

Par diffraction des rayons X (voir annexe C), la composition en indium x_{In} du puits quantique a été déterminée et comparée à la composition de la référence sur substrat de GaAs (tableau 3.2). On remarque que la composition en In du puits quantique varie d'un échantillon à l'autre. Les différentes séquences de reprise de croissance mènent par ailleurs à une surface ayant une répartition de parois et une rugosité différentes.

échantillon	σ_{rms} (nm)	D_{APB} (μm^{-1})	longueur entre parois (μm)	x_{In}	épaisseur (nm)
Ge110	4,7	0,47	2,0	0,247	9,8
Ge124	2,3	0,60	2,4	0,192	9,0
Ge131	2,8	0,98	2,1	0,204	9,0
Ge177	3,0	0,95	1,7	0,174	9,0
OR5009	0,2	0	∞	0,255	10,0

TAB. 3.2: Paramètres morphologiques des échantillons de la figure 3.9 et composition en indium déduite par rayons X. L'échantillon OR5009 réalisé sur substrat de GaAs est l'échantillon de référence.

La différence d'incorporation d'indium peut provenir de la présence des parois d'inversion, susceptibles de réduire la longueur de diffusion de l'indium et de favoriser son incorporation. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons déterminé pour chaque échantillon la densité de parois D_{APB} , la rugosité σ_{rms} , et la longueur moyenne entre parois (tableau 3.2). Nous avons essayé de mettre en évidence une dépendance de la composition en indium avec un des paramètres caractérisant la surface.

L'évolution de la composition en indium du puits en fonction de la rugosité de la surface et de la distance moyenne entre parois d'inversion n'a pas permis d'extraire une tendance nette.

Par contre, sur le graphe de la figure 3.10 montrant la composition d'indium du puits quantique en fonction de la densité de parois d'inversion, on constate que la composition

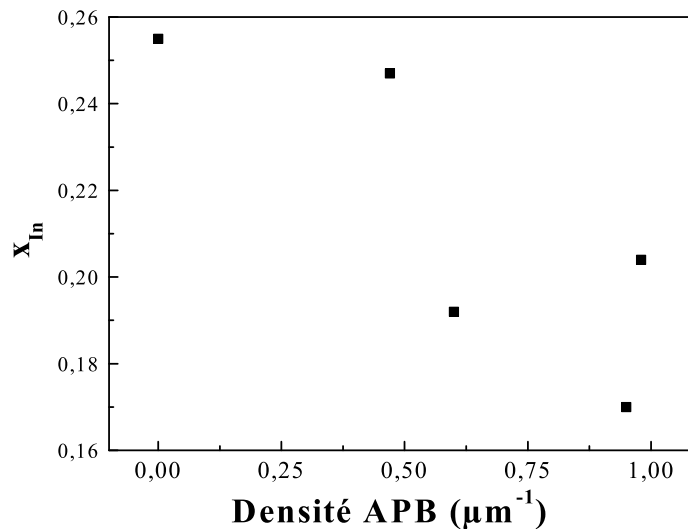


FIG. 3.10: Mise en évidence d'une dépendance de la composition d'indium avec la densité de parois.

d'indium est plus faible quand il y a présence de parois. On peut voir une diminution de x_{In} avec l'augmentation de la densité de parois.

La composition en indium x_{In} des puits quantiques d'InGaAs/GaAs d'échantillons épitaxiés sur pseudo-substrats de Ge/Si (001) est inférieure à celle sur substrat de GaAs. En reportant l'évolution de la composition en fonction de la rugosité, et de la longueur moyenne entre parois, aucune relation claire n'a pu être démontrée. Il semble toutefois que la densité de parois d'inversion joue un rôle dans l'incorporation de l'indium dans le puits : la composition en indium a tendance à diminuer quand la densité augmente. Contrairement à ce qu'on aurait pu attendre (une augmentation de l'incorporation d'indium du fait d'une plus faible longueur de diffusion de l'indium), les parois d'inversion semblent réduire la composition en indium du puits en piégeant par exemple l'indium au niveau des parois. Nous verrons dans la section 3.3 sur les boîtes quantiques que cette hypothèse est confirmée par une nucléation des boîtes quantiques favorisée le long des parois d'inversion.

2) Décalage du pic du GaAs : tension de la couche de GaAs

La figure 3.11 présente les pics de photoluminescence correspondant à l'émission du GaAs d'échantillons épitaxiés sur pseudo-substrat de Ge/Si (001) dans différentes conditions d'ALE. Pour les structures épitaxiées sur pseudo-substrat (figure 3.11 (a)), l'émission du GaAs est centrée autour de 1,401 eV. Pour les échantillons de référence épitaxiés sur GaAs et sur Ge pur, l'émission du GaAs est centrée autour de 1,430 eV. L'épitaxie sur pseudo-substrat semble conduire à une diminution d'environ 29 meV de l'énergie d'émission du GaAs.

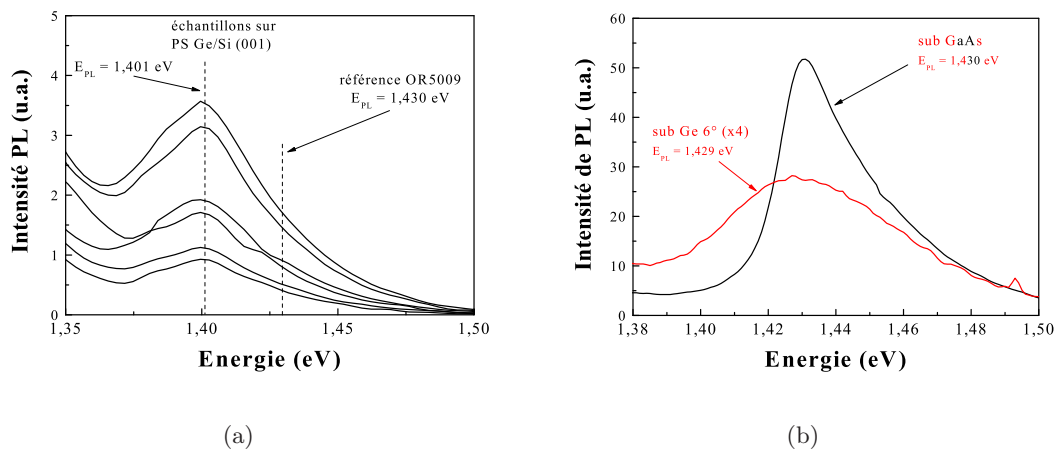


FIG. 3.11: Pic de photoluminescence du GaAs sur pseudo-substrat de Ge/Si (a) et sur substrat de GaAs et de Ge pur (b).

Deux causes peuvent être à l'origine de ce décalage en énergie :

- **un dopage par le germanium** : le germanium est un dopant du GaAs et peut diminuer l'énergie de bande interdite d'une quarantaine de meV [5]. Ainsi, du fait de la diffusion du Ge dans le GaAs pendant la croissance, le pic de photoluminescence du GaAs pourrait se trouver décalé vers les basses énergies.

Notons toutefois que sur le graphe de la figure 3.11 (b) la position en énergie des pics du GaAs est la même pour la structure épitaxiée sur GaAs et pour celle épitaxiée sur Ge pur. Ceci réfute l'hypothèse que le GaAs est dopé par la diffusion du Ge du pseudo-substrat. En effet, s'il y avait eu dopage, le décalage aurait dû aussi être observé sur le substrat de germanium pur.

Remarque : une analyse SIMS (*Secondary Ion Mass Spectroscopy*) d'une structure épitaxiée sur pseudo-substrat de Ge/Si révèle qu'il y a effectivement diffusion de Ge dans le GaAs (figure 3.12). On peut remarquer que la concentration en Ge est assez élevée ($> 10^{18}$ at.cm⁻³) jusqu'à 700 nm de l'interface GaAs/Ge. Le puits quantique dans les structures pour photoluminescence est situé à 500 nm de l'interface GaAs/Ge. Il y a donc du Ge au niveau du puits. Cependant, cette concentration

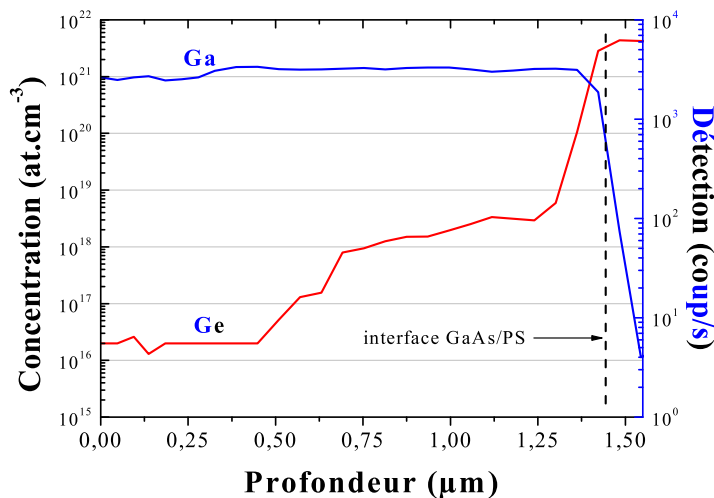


FIG. 3.12: Profil SIMS d'une structure épitaxiée sur pseudo-substrat de Ge/Si : diffusion du germanium dans le GaAs.

élevée de Ge près de l'interface GaAs/Ge n'est apparemment pas la cause du décalage du pic de photoluminescence comme nous venons de le dire plus haut.

- **une contrainte dans la couche de GaAs** : une contrainte peut aussi être à l'origine du décalage. En effet, la relation (3.1) donne l'énergie de transition dans le cas d'une couche contrainte [6] :

$$(E_g)_{\text{contraint}} = (E_g)_{\text{relax}} + d \left(\frac{\Delta a}{a} \right)_{\text{contraint}} \quad (3.1)$$

avec

$$d = \begin{cases} -2m \left(\frac{C_{11}-C_{12}}{C_{11}} \right) - n \left(\frac{C_{11}+2C_{12}}{C_{11}} \right) & \text{pour une déformation en tension} \\ -2m \left(\frac{C_{11}-C_{12}}{C_{11}} \right) + n \left(\frac{C_{11}+2C_{12}}{C_{11}} \right) & \text{pour une déformation en compression} \end{cases}$$

où

$(E_g)_{\text{relax}}$ est le *gap* du matériau non contraint

$\left(\frac{\Delta a}{a} \right)_{\text{contraint}}$ est le désaccord de paramètres de maille

C_{ij} sont les constantes élastiques du matériau

n est le potentiel de cisaillement

m est le potentiel de déformation hydrostatique, donné par

$$m = -\frac{1}{3}(C_{11} + 2C_{12}) \frac{\partial E}{\partial p}$$

avec $\frac{\partial E}{\partial p}$, le coefficient de pression hydrostatique.

D'après la relation (3.1) et le tableau 3.3, on peut estimer la déformation $\frac{\Delta a}{a}$ de la couche de GaAs qui aurait induit le décalage du pic de photoluminescence de 29 meV.

C_{11} (GPa)	118,77
C_{12} (GPa)	53,72
$\frac{\partial E}{\partial p}$ (10^{-10} eV/Pa)	1.15
m (eV)	-8,68
n (eV)	-1,7

TAB. 3.3: Constantes pour le GaAs.

Nous sommes en présence d'une diminution de la largeur de bande interdite, ce qui correspond à une déformation en tension de

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{PL} = 2,3 \times 10^{-3}$$

A l'aide d'expériences de diffraction des rayons X, nous connaissons le paramètre de maille $a_{//}$ du GaAs dans le plan des couches, ie dans le plan de l'interface GaAs/Ge. Ceci nous permet de remonter à la déformation de la couche de GaAs

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{RX} = \frac{a_{//} - a_{GaAs}}{a_{GaAs}} = (3,0 \pm 0,1) \times 10^{-3}$$

La couche de GaAs est en tension de 0,2-0,3 % quelles que soient les conditions de début de croissance sur pseudo-substrat de Ge/Si.

La déformation provient de la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaAs et le silicium. Dans la section 1.2.2 du chapitre 1, nous avons exprimé la déformation f de la couche de GaAs due à la descente en température après la croissance.

$$f = \int_{T_c}^{T_{amb}} \left(\alpha_{GaAs}(T) - \alpha_{PS}(T) \right) dT$$

où $\alpha_{GaAs}(T)$ et $\alpha_{PS}(T)$ sont les coefficients de dilatation thermique du GaAs et du pseudo-substrat, respectivement.

En tenant compte des épaisseurs de la couche du silicium et de celle de germanium dans le pseudo-substrat (la couche de silicium est bien plus épaisse que celle de germanium), on voit que le coefficient de dilatation thermique du PS est gouverné par celui du silicium.

$$\alpha_{PS}(T) = \alpha_{Si}(T)$$

Ainsi, on arrive à une estimation de la déformation f lors du passage de la température de croissance à la température ambiante.

$$f = \int_{T_c}^{T_{amb}} \left(\alpha_{GaAs}(T) - \alpha_{Si}(T) \right) dT$$

Soit, puisque $\alpha_{GaAs}(T) - \alpha_{Si}(T)$ est constant sur l'intervalle de températures considérées (section 1.2.2 du chapitre 1)

$$f = \left(\alpha_{GaAs} - \alpha_{Si} \right) \Delta T = 1,9 \times 10^{-3}$$

Cette valeur de la déformation induite par la descente en température est en bon accord avec nos valeurs déduites des mesures de photoluminescence et de diffraction X.

Le GaAs épitaxié sur les pseudo-substrats de Ge/Si est contraint en tension du fait de la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaAs et le PS. A la température de croissance, le GaAs et le Ge sont quasiment en accord de maille. Au moment de la descente en température, de la température de croissance à la température ambiante, le GaAs se contracte plus vite que le pseudo-substrat. Une déformation en tension apparaît dans la couche de GaAs. Cette déformation vaut 0,2% et est à l'origine du décalage vers les basses énergies de la position du pic de photoluminescence du GaAs épitaxié sur pseudo-substrat. Cette déformation, comme nous le verrons plus en détail dans le chapitre 4, mène à la formation de fissures dans le matériau.

3.2.3 Conclusion sur les structures à puits quantiques

Des puits quantiques d'InGaAs/GaAs ont été épitaxiés sur pseudo-substrats de Ge/Si (001). Par rapport à la même structure sur substrat de GaAs, l'intensité de photoluminescence sur PS est 40 fois plus faible. Par une étude de la composition d'indium de puits quantiques épitaxiés sur pseudo-substrat de Ge/Si (001), nous avons mis en évidence une influence de la densité de parois d'inversion sur l'incorporation d'indium dans les puits. Les parois réduisent la composition en indium du puits, probablement en piégeant l'indium au niveau des parois. Le décalage du pic de photoluminescence du GaAs sur pseudo-substrat est attribué à une déformation en tension de la couche de GaAs qui résulte de la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaAs et le PS.

3.3 Boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs

Nous venons de voir, au cours de la section 3.2, que l'intensité de photoluminescence d'un puits quantique sur pseudo-substrat de Ge/Si est 40 fois plus faible que celle du même puits quantique épitaxié sur substrat de GaAs. Pour réaliser des émetteurs de lumière monolithiquement intégrés sur silicium, il faut utiliser un matériau actif moins sensible aux défauts liés à l'épitaxie de GaAs sur PS. C'est pourquoi, nous nous sommes tournés vers les boîtes quantiques qui, du fait du confinement des porteurs dans les trois dimensions, sont moins sensibles aux défauts tels que les dislocations émergentes [7]. De plus, les boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs permettent d'atteindre la longueur d'onde de 1,3 μm [8–10,

13,16], utilisée dans les télécommunications optiques, et qui présente l'avantage de ne pas être absorbée par le silicium.

Dans cette section, nous rappelons les différents modes de croissance (et notamment le mode Stranski-Krastanov selon lequel les îlots sont épitaxiés), et nous détaillons la séquence de croissance de nos boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs. Ensuite, nous étudions les propriétés de photoluminescence des boîtes quantiques épitaxiées sur pseudo-substrat de Ge/Si (001), et les comparons aux mêmes boîtes réalisées sur substrat de GaAs.

3.3.1 Les différents modes de croissance [1, 4, 13, 14]

Considérons un matériau M épitaxié sur un substrat S (figure 3.13). Les énergies de surface respectives de M et de S sont notées σ_M et σ_S . L'énergie d'adhésion est notée β . L'énergie interfaciale γ_{MS} est définie par

$$\gamma_{MS} = \sigma_M + \sigma_S - \beta$$

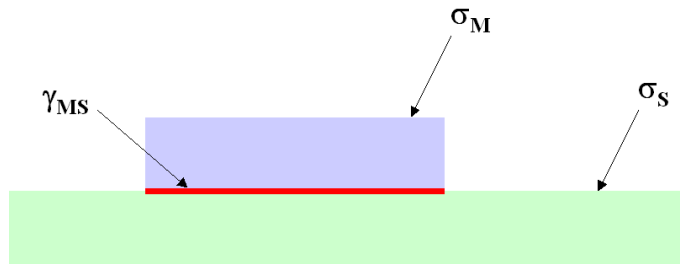


FIG. 3.13: Schéma pour le calcul de l'énergie interfaciale γ_{MS} .

L'énergie d'adhésion peut s'écrire $\beta = \sigma_M + \sigma_S - \gamma_{MS}$.

Si $\beta < 0$, il n'est pas rentable d'un point de vue énergétique, pour le système de former une interface, et la croissance ne s'effectue pas spontanément.

Si $\beta > 0$, la formation d'une interface constitue une diminution d'énergie par rapport à la situation où le matériau M et le substrat S sont séparés. Dans cette condition, la croissance de M sur le substrat S est possible.

Plaçons nous dans la situation où la croissance représente une diminution d'énergie du système (ie $\beta > 0$). Pour connaître le mode suivant lequel la croissance s'effectue, il faut savoir s'il est plus favorable pour le système que le matériau M s'étale sur toute la surface du substrat ou, au contraire, que la surface de M soit minimisée. Cela revient à étudier le signe de $\sigma_M + \gamma_{MS} - \sigma_S$, ou de $2\sigma_M - \beta$.

Si $2\sigma_M - \beta < 0$, l'augmentation de la surface du matériau M et de l'interface M-S représente une diminution d'énergie du système. Le matériau M va tendre à cou-

vrir toute la surface du substrat S : la croissance sera bi-dimensionnelle (mode de croissance dit de Franck van der Merwe).

Si $2\sigma_M - \beta > 0$, l'augmentation de la surface du matériau M conduit à une augmentation de l'énergie du système. Dans ce cas, la croissance de M sur S se fera de telle manière à minimiser la surface du matériau M : la croissance sera tri-dimensionnelle (croissance dite de Volmer-Weber).

Pour des matériaux M et S de mêmes paramètres de mailles, l'énergie d'adhésion β ne dépend pas de l'épaisseur, et le mode de croissance de M sur S est fixé par le signe de $2\sigma_M - \beta$. Dans le cas où il existe entre M et S un fort désaccord de paramètres de maille (de l'ordre de quelques pourcents), le terme β n'est plus constant. En effet, l'énergie d'adhésion diminue avec l'épaisseur de matériau M déposée, du fait de l'accumulation de contrainte dans la couche épitaxiée. Au-delà d'une épaisseur donnée de matériau épitaxié, $2\sigma_M - \beta$ change de signe et passe de négatif (croissance bi-dimensionnelle) à positif (croissance tri-dimensionnelle). Ce mode de croissance qui débute par une croissance 2D et qui se poursuit en 3D est dit de Stranski-Krastanov. La couche bi-dimensionnelle est appelée couche de mouillage. Les boîtes quantiques utilisées dans nos échantillons sont épitaxiées suivant ce mode.

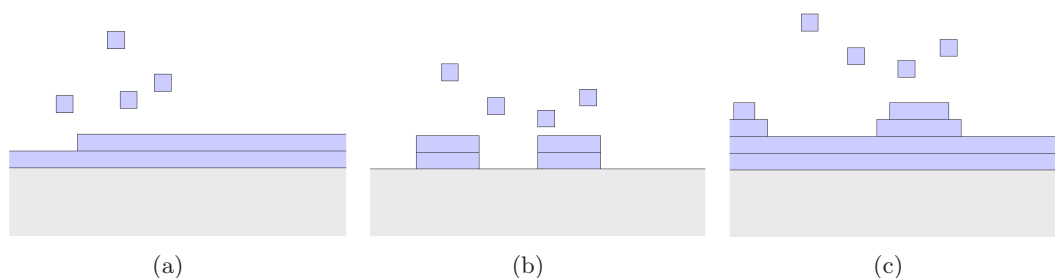


FIG. 3.14: Schémas des différents modes de croissance : (a) croissance bi-dimensionnelle (Franck van der Merwe), (b) croissance tri-dimensionnelle (Volmer-Weber), (c) croissance bi-dimensionnelle avec transition 2D-3D et croissance tri-dimensionnelle (Stranski-Krastanov).

3.3.2 Séquence de croissance pour les boîtes quantiques étudiées [10, 13]

Au LPN, la nucléation et les propriétés optiques des boîtes quantiques d'In(GaAs)/GaAs épitaxiées sur substrat de GaAs par EPVOM ont déjà été étudiées [13]. Nous décrivons brièvement dans ce qui suit la séquence de croissance de ces boîtes quantiques (figure 3.15).

A haute température (650°C), du GaAs est épitaxié. Après une descente en température sous flux d'arsine jusqu'à la température T_{BQ} , typiquement $T_{BQ} \sim 500^\circ\text{C}$, une fine couche de quelques nanomètres de GaAs est épitaxiée. Ensuite, 2 monocouches (MC) d'InAs sont déposées. Il y a formation d'îlots, de faible densité (10^8 cm^{-2}), ainsi que de gros îlots relaxés plastiquement. Un dépôt de 5,1 MC d' $\text{In}_{0,15}\text{Ga}_{0,85}\text{As}$ conduit à la formation d'une seconde population d'îlots, qui est plus dense que la première (10^{10} cm^{-2}). Suit une couche

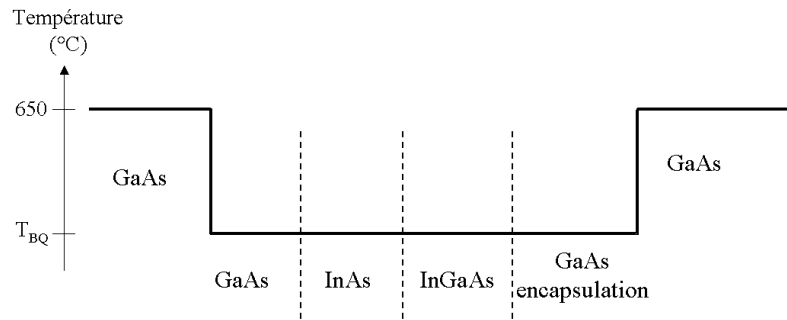


FIG. 3.15: Séquence de croissance des boîtes quantiques des échantillons étudiés.

d'encapsulation de 4 nm de GaAs, puis après une remontée à haute température sous flux d'arsine pour désorber les gros îlots relaxés plastiquement, du GaAs est épitaxié.

Cette séquence de croissance donne lieu à la formation de deux populations d'îlots. La première, population 1, résulte de la nucléation de l'InAs sur le GaAs. La seconde, population 2, provient de la nucléation de l' $\text{In}_{0,15}\text{Ga}_{0,85}\text{As}$ sur la couche de mouillage des îlots de la première population. La population 1 d'îlots est peu dense du fait de la grande longueur de diffusion des atomes à la surface, alors que la seconde population, qui a nucléé sur une surface contrainte, est plus dense.

Cette séquence a été reprise pour la croissance des boîtes quantiques sur pseudo-substrat de Ge/Si (001). Les deux vues planes au microscope électronique en transmission (MET) de la figure 3.16 montrent la surface d'un échantillon après un dépôt d'InAs. Les contrastes sont liés aux déformations du réseau. On constate qu'il y a peu d'îlots à la surface, et que ceux-ci sont très souvent alignés près des parois d'inversion (figure 3.16 (a)). La présence de franges de moiré (figure 3.16 (b)) sur les gros îlots indique que ceux-ci sont relaxés plastiquement.

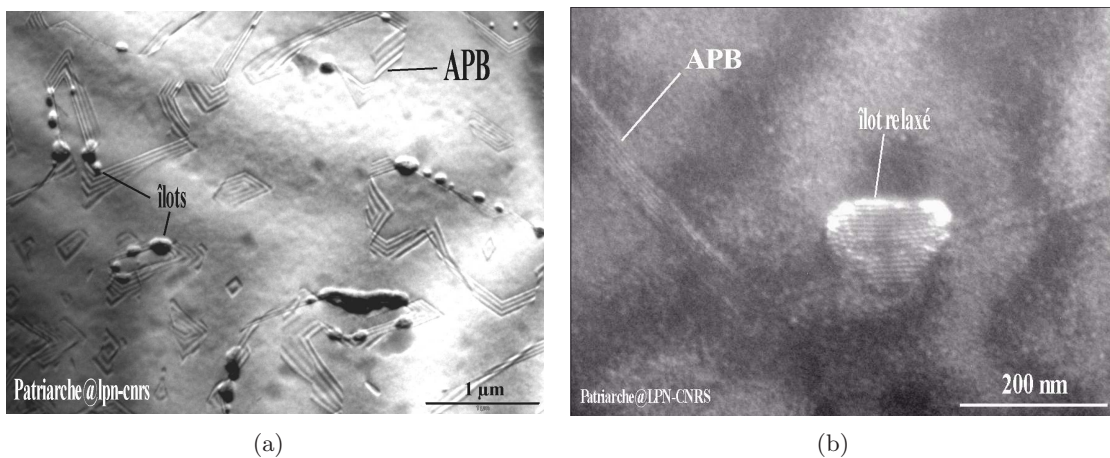


FIG. 3.16: Vues planes obtenues au microscope électronique en transmission d'un échantillon après dépôt de 2 MC d'InAs, sur PS de Ge/Si (001). Les îlots de la population 1 sont pour la plupart relaxés plastiquement et alignés sur les parois d'inversion.

Après dépôt de 5,1 MC d' $\text{In}_{0,15}\text{Ga}_{0,85}\text{As}$, il y a formation de la population 2 d'îlots. Ensuite, une couche de 4 nm de GaAs est épitaxiée pour encapsuler les îlots avant la remontée en température. Les images de la figure 3.17 montre des vues planes au MET d'un échantillon après dépôt de 2 MC d'InAs, de 5,1 MC d' $\text{In}_{0,15}\text{Ga}_{0,85}\text{As}$, et de 4 nm de GaAs. On retrouve la forte densité d'îlots de la population 2 et les gros îlots relaxés créés lors du dépôt d'InAs (figure 3.17 (a) et (b)).

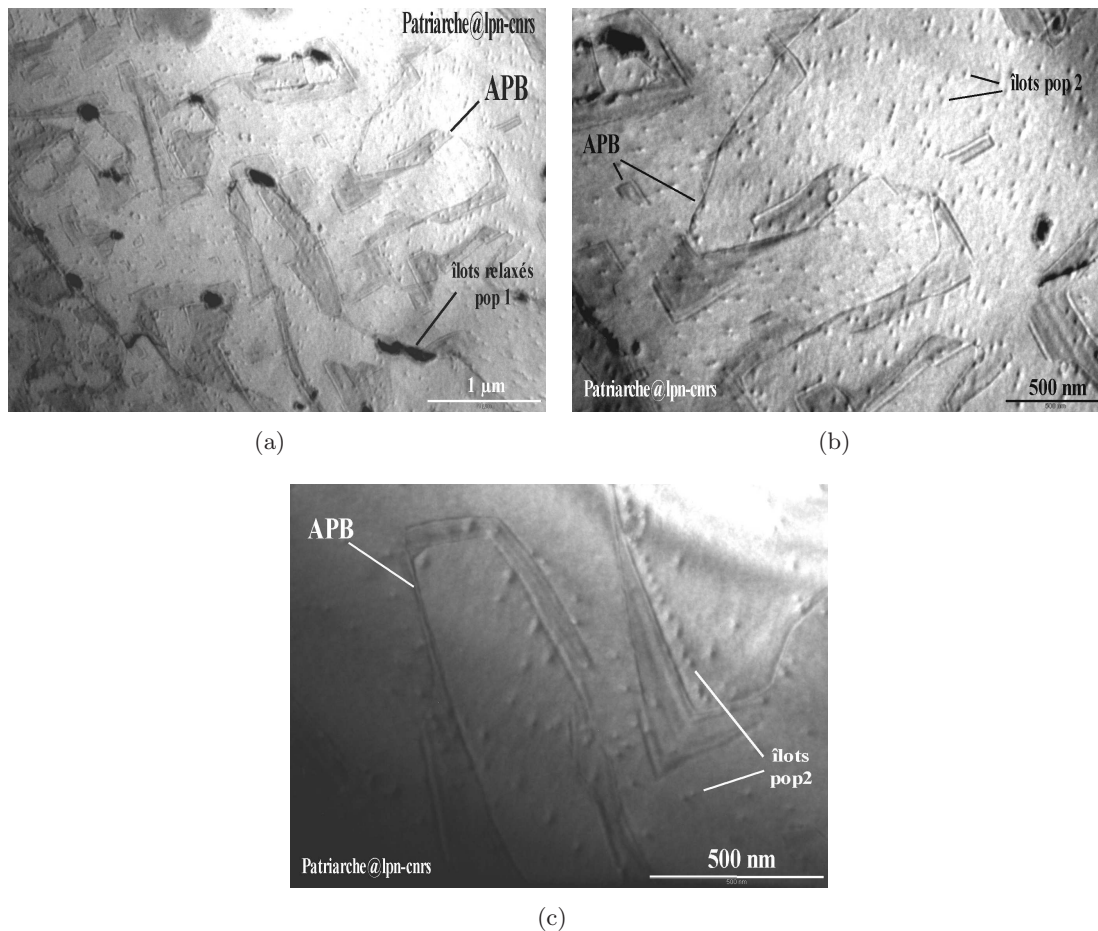


FIG. 3.17: Vues planes au MET d'un échantillon après dépôt de 2 MC d'InAs, de 5,1 MC d' $\text{In}_{0,15}\text{Ga}_{0,85}\text{As}$, et de 4 nm de GaAs, sur PS de Ge/Si (001).

Les îlots de la population 2 ont aussi tendance à s'aligner le long des parois d'inversion (figure 3.17 (c)). La grande majorité des îlots est toutefois répartie à l'intérieur des domaines d'inversion.

Le fait que les îlots aient tendance, lors de leur formation, à s'aligner le long des parois d'inversion peut provenir du fait que l'indium s'incorpore préférentiellement au niveau des parois d'inversion (comme supposé à la section 3.2.2). La contrainte supplémentaire existant au niveau de la paroi d'inversion [15] induite par les mauvaises liaisons Ga-Ga et/ou As-As privilégierait cette incorporation.

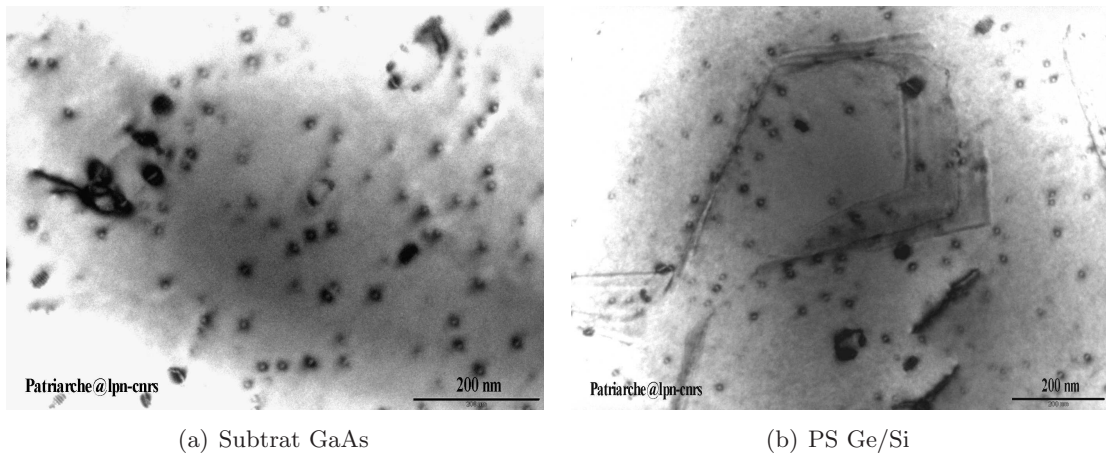


FIG. 3.18: Vues planes d'échantillons à boîtes quantiques (a) sur substrat de GaAs, et (b) sur pseudo-substrat de Ge/Si (001) (MET).

La même séquence de croissance a été réalisée sur un substrat de GaAs et sur un pseudo-substrat de Ge/Si (001), pour obtenir des boîtes quantiques ¹. Les vues planes au MET (figure 3.18) mettent en évidence que la densité de boîtes quantiques est du même ordre sur les deux types de substrats ($\sim 10^{10} \text{ cm}^{-2}$).

La nucléation de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs épitaxiées sur pseudo-substrat de Ge/Si (001) suit les mêmes processus que sur substrat de GaAs. Les densités de boîtes sont du même ordre sur les deux substrats. Il est à noter toutefois, que les boîtes ont tendance à s'aligner le long des parois d'inversion sur pseudo-substrat de Ge/Si.

3.3.3 Spectres de photoluminescence

La nucléation des boîtes ne semble pas être modifiée par l'utilisation de pseudo-substrat. Pour savoir si les propriétés de photoluminescence des boîtes sont les mêmes sur les deux substrats, nous avons comparé le spectre de photoluminescence de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs épitaxiées sur le pseudo-substrat de Ge/Si (001) à celui obtenu sur substrat de GaAs.

Le graphe de la figure 3.19 montre les spectres réalisés à température ambiante des deux échantillons pour une même puissance d'excitation (26 mW pour un diamètre de spot laser de 100 μm). L'allure des deux spectres est la même : on distingue un pic correspondant à la transition fondamentale autour de 0,95 eV, et le signal de photoluminescence liés aux états excités des boîtes quantiques à partir de 0,97 eV. Le point important à remarquer est

¹Dans la suite, nous remplacerons le terme d'îlot par boîte quantique. Une boîte quantique est un îlot présentant des propriétés optiques particulières liées à un confinement tri-dimensionnel des porteurs. Comme c'est le cas ici, nous utiliserons abusivement l'un ou l'autre des termes.

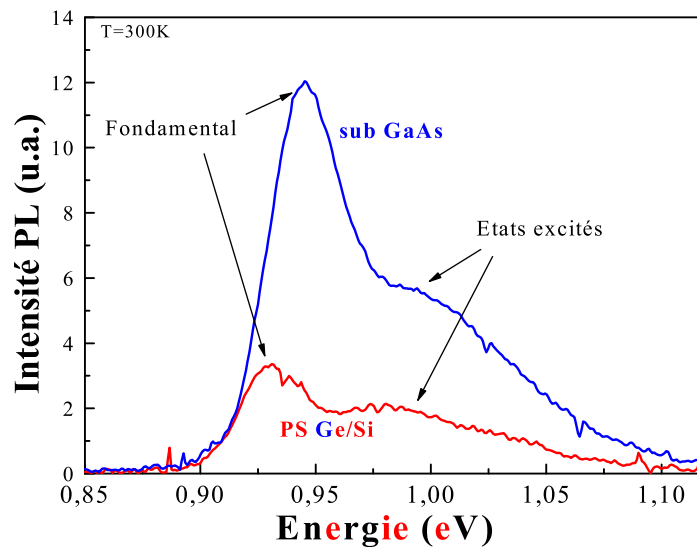


FIG. 3.19: Comparaison de l'intensité de photoluminescence de boîtes quantiques épitaxiées sur substrat de GaAs et sur pseudo-substrat de Ge/Si. A 300K, il n'y a qu'une diminution d'un facteur 3 de l'intensité de PL sur PS de Ge/Si.

que le rapport entre les intensités de photoluminescence des boîtes quantiques sur substrat de GaAs et sur PS de Ge/Si n'est que de 3. Ce rapport 3 est à comparer au rapport 40 que nous avons observés pour un puits quantique (figure 3.7). Ceci met clairement en évidence que le confinement tri-dimensionnel des porteurs dans les boîtes quantiques conduit à une plus faible sensibilité aux défauts (dislocations, parois d'inversion).

Remarque : par EPVOM, avec la séquence utilisée pour la croissance des boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs, il y a formation de deux populations de boîtes quantiques [10, 16]. La figure 3.20 montre la déconvolution en gaussiennes de deux spectres de photoluminescence, relevés aux températures de 285 K (figure 3.20 (a)) et 90 K (figure 3.20 (b)). L'intensité de photoluminescence de la transition fondamentale des boîtes quantiques de la population 2 est voisine de celle de la population 1 à température ambiante. A basse température, l'intensité de PL est plus forte pour les boîtes quantiques de la population 2, plus denses (10^{10} cm^{-2}) que les BQ de la population 1 (10^8 cm^{-2}). Comme nous le décrivons plus en détail dans la suite (section 3.4.3), quand la température augmente, des porteurs s'échappent des boîtes quantiques de la population 2 et sont capturés par les boîtes de la population 1. Dans la suite de l'étude, quand nous parlerons de transition fondamentale pour les boîtes quantiques, nous nous référerons à la population 2 de boîtes quantiques.

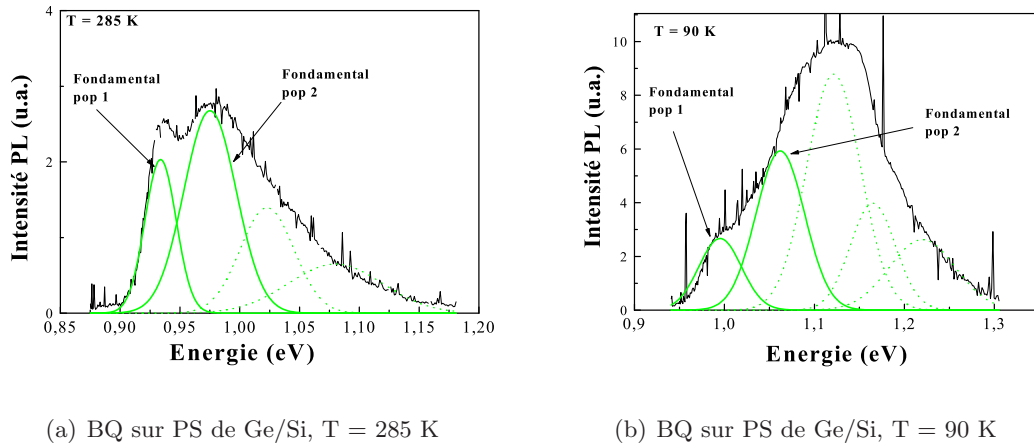


FIG. 3.20: Déconvolution de deux spectres de photoluminescence, à 285 (a) et 90 K (b), de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs épitaxiées sur PS de Ge/Si (Ge9) : existence de deux populations de boîtes quantiques.

Des mesures de durée de vie sur des échantillons à puits quantiques et boîtes quantiques épitaxiés sur substrat de GaAs et PS de Ge/Si (001) permettent de confirmer la plus faible sensibilité des boîtes quantiques aux défauts présents dans le matériau. Le graphe de la figure 3.21 donne l'évolution en fonction du temps de l'intensité de photoluminescence des boîtes quantiques épitaxiées sur PS.

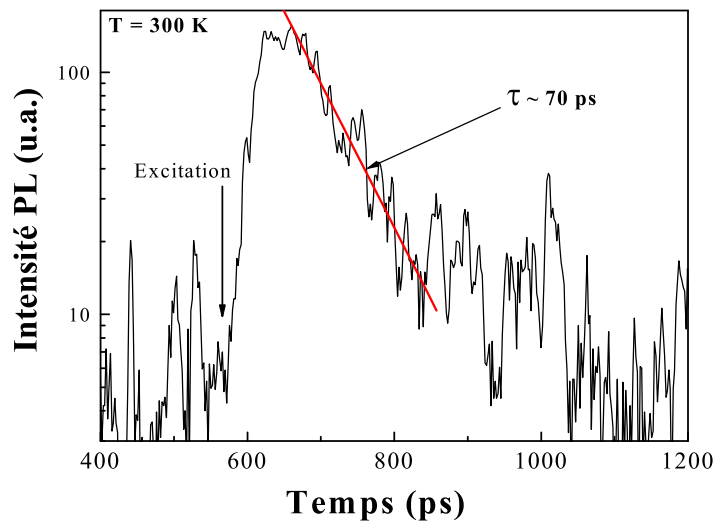


FIG. 3.21: Evolution en fonction du temps de l'intensité de photoluminescence de la transition fondamentale des boîtes quantiques épitaxiées sur PS de Ge/Si : estimation du temps de vie des porteurs à 300 K.

La décroissance de la photoluminescence après l'excitation est de la forme $I = I_0 e^{-\frac{t}{\tau}}$, où t

est le temps et τ est le temps de vie des porteurs. Le graphe de la figure 3.21 donne ainsi une durée de vie des porteurs à 300 K de 70 ps.

La durée de vie totale τ des porteurs est donnée par

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_r} + \frac{1}{\tau_{nr}}$$

où

τ_r est le temps de vie radiatif

τ_{nr} est le temps de vie non-radiatif

A basse température le temps de vie est gouverné par le temps de vie radiatif. Quand la température augmente, l'énergie thermique est suffisante pour que les porteurs soient excités vers des niveaux de pièges non-radiatifs. La probabilité $\frac{1}{\tau_{nr}}$ de recombinaison non-radiative augmente, et le temps de vie total diminue.

Les valeurs de durée de vie des structures à puits quantiques et boîtes quantiques à 10 K et 300 K sont consignées dans le tableau 3.4.

	PQ InGaAs	BQ In(Ga)As	
	PS	GaAs	PS
10 K	700 ps	200 ps	90 ps
300 K	420 ps	90 ps	70 ps

TAB. 3.4: Tableau récapitulatif des valeurs de durées de vie pour des structures à puits quantiques et à boîtes quantiques, sur substrat de GaAs et PS de Ge/Si (001).

La durée de vie des porteurs dans un puits quantique d' $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ sur substrat de GaAs est de quelques nanosecondes entre 10 et 300 K. Sur PS de Ge/Si le temps de vie est de l'ordre de quelque centaines de picosecondes et est divisé par deux entre 10 et 300 K. Des valeurs de temps de vie de l'ordre de la nanoseconde ont été rapportées pour des puits de GaAs/AlGaAs sur pseudo-substrat désorienté [11] à 300 K. La plus faible valeur, dans notre cas, est attribuée aux parois d'inversion. Les parois d'inversion sont des mauvaises liaisons Ga-Ga ou As-As. Ces mauvaises liaisons, en piégeant les porteurs, augmentent la probabilité de recombinaison non-radiative des porteurs, et diminuent ainsi leur durée de vie totale.

La durée de vie des porteurs, dans des structures à boîtes quantiques, ne diminue que légèrement entre 10 et 300 K. Aucune donnée dans la littérature ne permet de comparer ces durées de vie sur pseudo-substrat de Ge/Si (001). Le fait que le temps de vie des porteurs dans des BQ à 300 K est du même ordre sur substrat de GaAs et PS conforte l'utilisation des BQ comme matériau actif pour l'intégration monolithique d'émetteurs de lumière sur Si.

Des puits quantiques d'InGaAs/GaAs ont été épitaxiés sur pseudo-substrats de Ge/Si. Ces échantillons présentent de bonnes propriétés de photoluminescence : une largeur à mi-hauteur fine, et une intensité de PL comparable à celle obtenue sur substrats désorientés (ie sans parois d'inversion). Toutefois, l'intensité de PL d'un puits quantique sur PS de Ge/Si est réduite d'un facteur 40, à température ambiante, par rapport à la même structure sur substrat de GaAs. L'utilisation de boîtes quantiques au lieu des puits quantiques dans la zone active conduit à une baisse de l'intensité de PL seulement d'un facteur 3, à température ambiante, par rapport à la référence sur substrat de GaAs. La durée de vie voisine, à température ambiante, des porteurs dans des BQ sur substrat de GaAs et PS confirme l'intérêt d'utiliser des telles structures comme matériau actif pour les émetteurs de lumière intégrés monolithiquement sur silicium.

3.4 Influence des parois d'inversion sur les propriétés optiques des structures

Dans le chapitre 1 et dans la section précédente, nous avons vu que les parois d'inversion sont des pièges pour les porteurs. Dans cette section, nous allons essayer d'éclaircir leur influence sur les propriétés optiques des structures épitaxiées sur pseudo-substrat. Pour cela nous avons étudié l'évolution en fonction de la température de l'intensité de photoluminescence de puits et de boîtes quantiques sur substrat de GaAs et PS de Ge/Si. Pour interpréter ces résultats, nous proposons une modélisation de la dynamique des porteurs dans les boîtes quantiques.

3.4.1 Photoluminescence en fonction de la température d'un puits quantique

Nous avons réalisé une étude de l'intensité de photoluminescence en fonction de la température de structures à puits quantiques épitaxiées sur pseudo-substrat de Ge/Si (001) et sur substrat de GaAs. Le graphe de la figure 3.22 représente les spectres de photoluminescence de l'échantillon Ge131 pour plusieurs températures entre 77 et 300 K. La densité de parois d'inversion pour cet échantillon est de $1,0 \mu\text{m}^{-1}$.

Sur le graphe de la figure 3.22, on remarque que l'intensité de photoluminescence diminue quand la température augmente, et que l'énergie du pic de PL se décale vers les faibles énergies. Le même comportement est observé sur le substrat de GaAs.

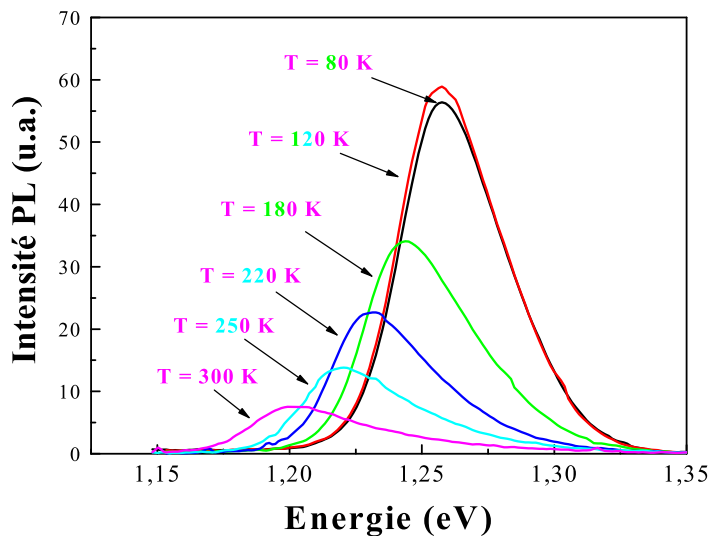
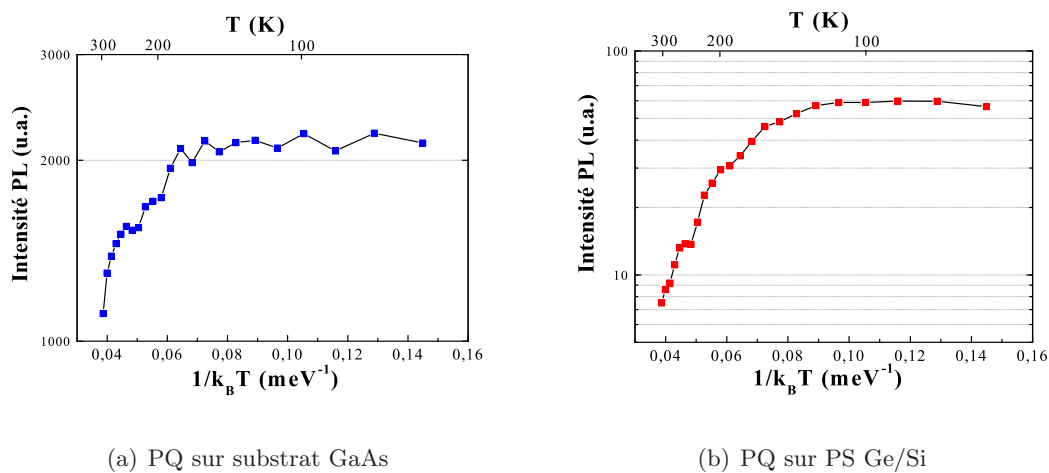


FIG. 3.22: Exemple de spectres de photoluminescence, mesurés à différentes températures, d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs (échantillon Ge131) épitaxié sur PS de Ge/Si (001).

Nous avons relevé l'intensité du pic de PL à chaque température, pour les deux échantillons.



(a) PQ sur substrat GaAs

(b) PQ sur PS Ge/Si

FIG. 3.23: Evolution de l'intensité de photoluminescence en fonction de la température pour un puits quantique d'InGaAs/GaAs épitaxiée sur (a) substrat de GaAs (OR5009) et (b) PS de Ge/Si (001) (Ge131).

Les graphes de la figure 3.23 montrent l'évolution de l'intensité de photoluminescence, en fonction de $1/k_B T$ (avec k_B la constante de Boltzmann), pour le puits quantique d'InGaAs/GaAs épitaxié sur substrat de GaAs, échantillon OR5009 (figure 3.23 (a)), et sur PS de Ge/Si (001), échantillon Ge131 (figure 3.23 (b)). Les valeurs d'intensité peuvent être

comparées, les spectres de PL ayant été obtenus dans les mêmes conditions expérimentales.

L'intensité de photoluminescence du puits quantique sur substrat de GaAs est plus forte sur toute la gamme de température étudiée, de 77 à 300 K. Le comportement en fonction de la température est le même pour les deux échantillons : après un palier à basse température, l'intensité décroît lorsque la température augmente, du fait de l'échappement thermique des porteurs hors du puits quantique. Toutefois, il est à noter que la diminution de l'intensité de photoluminescence est plus importante sur pseudo-substrat que sur GaAs. On observe une chute d'un facteur 8 entre 77 K et la température ambiante, pour le pseudo-substrat, contre seulement un facteur 2 sur GaAs.

Remarque : on peut remarquer qu'ici, le rapport des intensités du pic de PL à 300 K entre le GaAs et le PS est d'environ 100. Le rapport est plus important que pour l'échantillon Ge110, du fait de la densité de parois d'inversion plus importante sur l'échantillon Ge131.

3.4.2 Photoluminescence en fonction de la température de boîtes quantiques

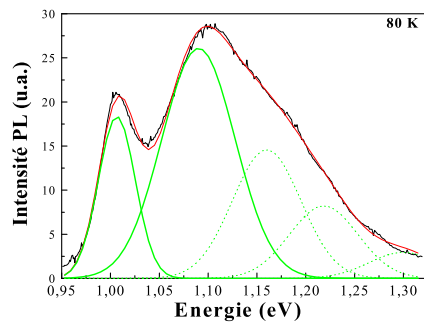
La même étude de photoluminescence en fonction de la température a été menée pour des boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs. Sur la gamme de température de 77 à 300 K, les spectres de photoluminescence ont été relevés pour des boîtes quantiques épitaxiées sur substrat de GaAs (OR4494) et pseudo-substrat de Ge/Si (Ge9).

Remarque : la puissance d'excitation du laser a été choisie suffisamment faible pour éviter la saturation du niveau fondamental des boîtes quantiques. Dans notre cas, la puissance est de 0,35 mW pour un diamètre du spot laser de 100 μm . La durée de vie des porteurs dans ces boîtes quantiques est de l'ordre de 100 ps, ce qui donne, pour une densité de boîtes quantiques de 10^{10} cm^{-2} , environ 0,03 électron par boîte.

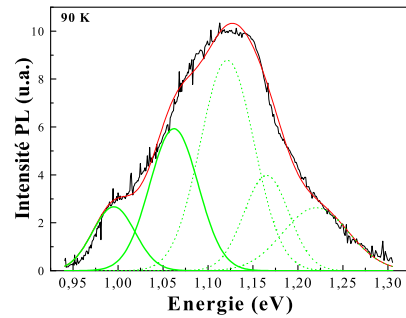
A chaque température, le spectre a été déconvolué afin de relever l'intensité de la transition fondamentale de la population 2 de boîtes quantiques. Des exemples de spectres de photoluminescence, relevés à différentes températures entre 77 K et 300 K, sont présentés figure 3.24. On s'aperçoit que les boîtes sur pseudo-substrat émettent à plus faible énergie sur substrat de GaAs.

Remarque : bien que l'estimation du nombre de porteurs par boîte soit de 0,03, la déconvolution des spectres (figure 3.24) fait apparaître des états excités. Ceci peut résulter d'une distribution non homogène des porteurs dans la couche de mouillage – du fait par exemple de défauts dans la couche de mouillage – et/ou de l'effet de « *phonon bottleneck* » [12].

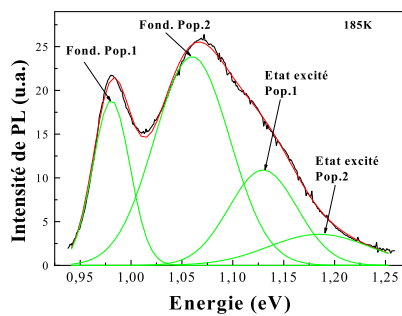
Les graphes de la figure 3.25 représentent l'évolution, en fonction de $1/k_B T$, de l'intensité de photoluminescence de la transition fondamentale de la population 2 pour des boîtes quantiques sur substrat de GaAs, échantillon OR4494 (figure 3.25 (a)), et sur PS de Ge/Si (001), échantillon Ge9 (figure 3.25 (b)). La densité de parois d'inversion pour Ge9 est de $1,6 \mu\text{m}^{-1}$.



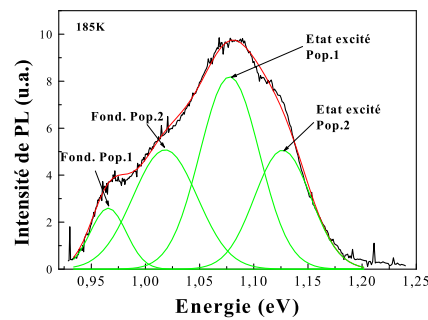
(a) substrat GaAs, T = 80 K



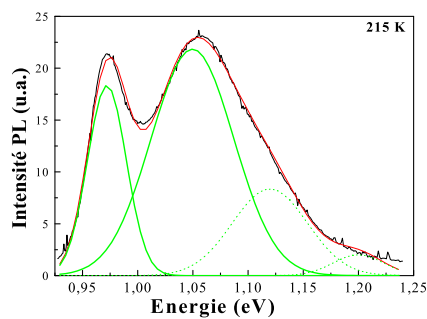
(b) PS Ge/Si, T = 90 K



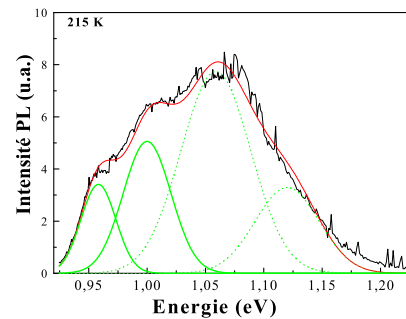
(c) substrat GaAs, T = 185 K



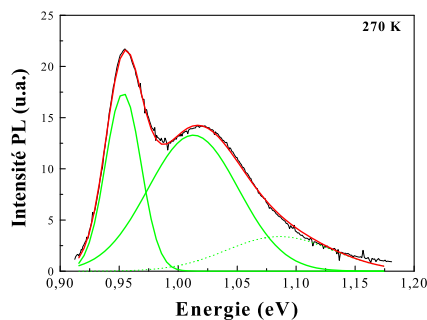
(d) PS Ge/Si, T = 185 K



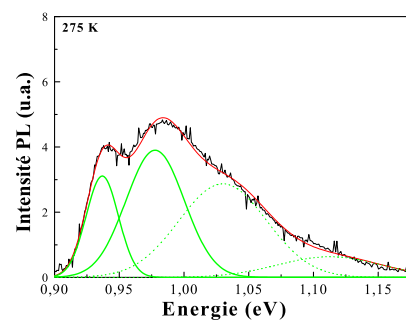
(e) substrat GaAs, T = 215 K



(f) PS Ge/Si, T = 215 K



(g) substrat GaAs, T = 270 K



(h) PS Ge/Si, T = 275 K

FIG. 3.24: Exemples de spectres montrant l'évolution de la photoluminescence des échantillons à boîtes quantiques sur substrat de GaAs (OR4494 à gauche), et sur PS de Ge/Si (001) (Ge9 à droite), pour différentes températures.

L'intensité de photoluminescence sur substrat de GaAs est plus forte que sur pseudo-substrat, sur toute la gamme de température. Comme dans le cas des puits quantiques, l'allure de l'intensité de PL en fonction de la température pour les deux échantillons est la même : après un palier à basse température, l'intensité de photoluminescence de la transition fondamentale des boîtes quantiques décroît lorsque la température augmente.

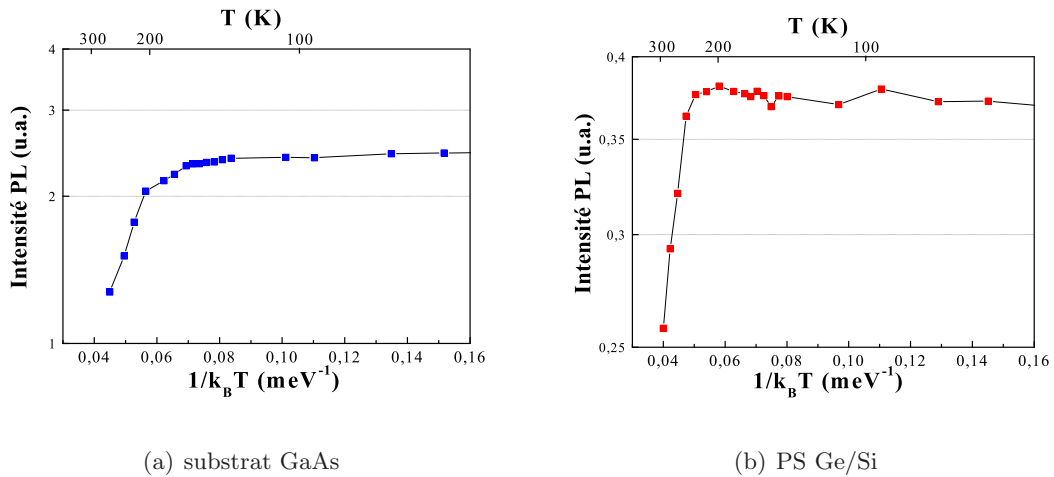


FIG. 3.25: Evolution de l'intensité de photoluminescence en fonction de la température pour des boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs épitaxiées sur substrat de GaAs (a) et PS de Ge/Si (001) (b).

Entre les graphes des deux échantillons, deux différences sont à noter.

- la diminution de l'intensité est plus importante sur le substrat de GaAs, facteur 1,9 entre 77 et 300 K, contre 1,4 sur PS de Ge/Si.
- sur substrat de GaAs, on remarque que la diminution de l'intensité de photoluminescence commence vers 170 K, alors que sur PS, au contraire l'intensité est constante, voire augmente légèrement, jusqu'à 200 K, pour décroître ensuite.

L'évolution de l'intensité de photoluminescence en fonction de la température de puits quantiques et de boîtes quantiques est la même sur les substrats de GaAs et Ge/Si (001). Cependant, sur pseudo-substrat, la diminution de l'intensité de PL entre 77 et 300 K est plus forte que sur GaAs dans le cas de puits quantiques, alors qu'elle est plus faible pour des boîtes quantiques.

3.4.3 Modélisation de la dynamique des porteurs dans les boîtes quantiques

Pour apporter une explication à cette différence, nous proposons une modélisation de la dynamique des porteurs dans les échantillons à base de boîtes quantiques.

Le modèle utilisé est tiré du travail de thèse de Guillaume Saint-Girons [13]. La figure 3.26 résume les hypothèses décrites ci-dessous.

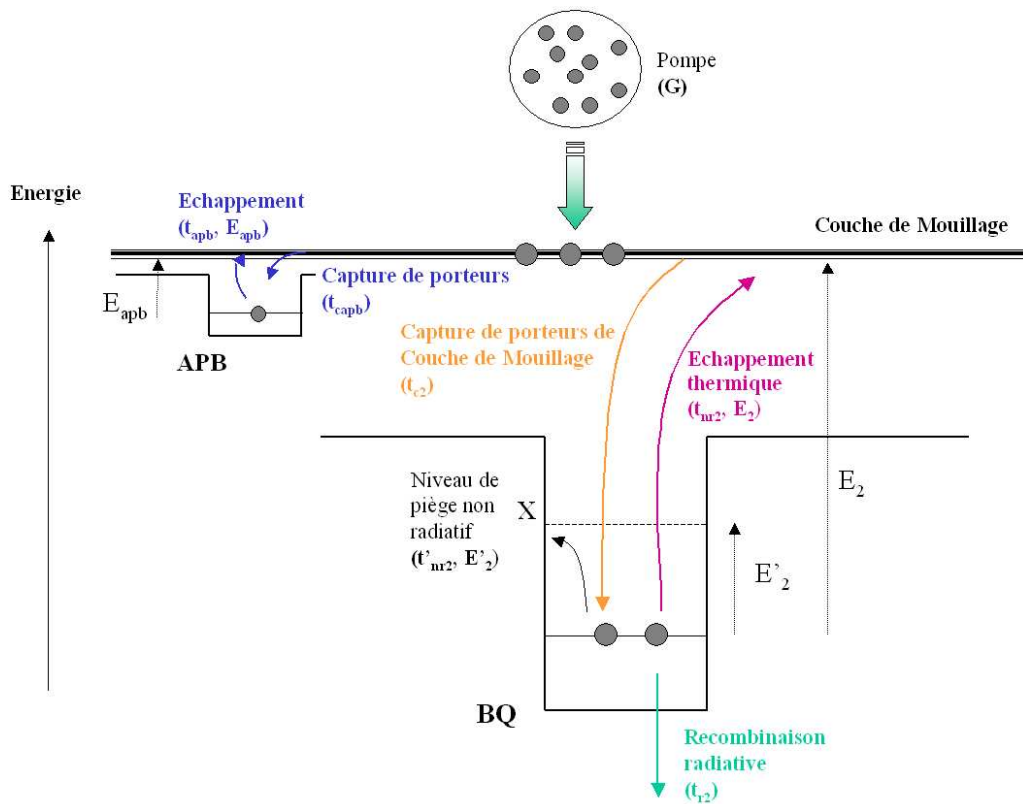


FIG. 3.26: Schématisation de la dynamique des porteurs dans le cas des boîtes quantiques.

Lors du pompage optique, les porteurs sont générés par le laser de pompe dans le GaAs, et relaxent dans la couche de mouillage avec un taux de G porteurs par seconde. Les porteurs de la couche de mouillage peuvent être capturés par les boîtes quantiques (temps de capture t_{c2}) ou par les parois d'inversion (temps de capture t_{capb})¹. On néglige la recombinaison radiative des porteurs dans la couche de mouillage, le signal de photoluminescence correspondant étant très faible comparé à celui des boîtes quantiques.

¹Comme nous l'avons déjà décrit au cours de ce manuscrit, les parois d'inversion sont formées par des mauvaises liaisons Ga-Ga et/ou As-As. Ces mauvaises liaisons présentent un déficit (Ga-Ga) ou un excès (As-As) d'électrons par rapport à la liaison Ga-As du cristal de GaAs, et constituent ainsi des pièges pour les porteurs.

Dans les boîtes quantiques, les porteurs peuvent se recombiner radiativement (t_{r2}), s'échapper de la boîte vers la couche de mouillage si l'énergie thermique est suffisante (temps t_{nr2} , et une énergie d'activation E_2), ou se recombiner non-radiativement sur un défaut à proximité des boîtes quantiques (temps t'_{nr2} , avec une énergie d'activation E'_2). Ce défaut, identifié lors de la modélisation de la dynamique des porteurs dans les boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs épitaxiées sur GaAs [13], est vraisemblablement lié à l'incorporation de carbone dans les îlots du fait de la basse température de croissance. La séquence de croissance étant la même dans notre étude, il nous faut tenir compte de la capture de porteurs par ce type de défaut.

Dans les parois d'inversion, les porteurs peuvent aussi s'échapper vers la couche de mouillage si l'énergie thermique est suffisante (temps t_{apb} , avec une énergie d'activation E_{apb}) ou se recombiner non radiativement ($t_{nr apb}$).

Remarque 1 : dans notre modélisation, le nombre G de porteurs par seconde qui relaxent dans la couche de mouillage est supposé constant. Or, il dépend vraisemblablement de la température, étant donné que les porteurs qui diffusent vers la couche de mouillage peuvent être capturés par des parois d'inversion. Toutefois, pour une première approche du problème, le nombre G sera pris indépendant de la température.

Remarque 2 : dans les conditions de croissance utilisées, il y a formation de deux populations de boîtes quantiques (figure 3.20) : une population de boîtes quantiques (population 1) qui luminesce à basse énergie, et une seconde population (population 2) qui luminesce à plus haute énergie. La population 1 de boîtes quantiques capture aussi des porteurs de la couche de mouillage [16]. Dans notre approche, nous avons simplifié le problème en ne modélisant que la population 2 de boîtes quantiques. En toute rigueur, il faudrait tenir compte des variations du nombre de porteurs de la population 1. En effet, d'après [13], quand la température est suffisamment élevée, les porteurs qui s'échappent des BQ de la population 2 vers la couche de mouillage peuvent être capturés par les BQ de la population 1, d'énergie de confinement plus grande (l'énergie de confinement étant la différence entre l'énergie du niveau fondamental de la couche de mouillage et l'énergie du niveau fondamental des boîtes quantiques). Quand la température augmente encore, l'énergie thermique est suffisante pour faire s'échapper les porteurs des BQ de la population 1 vers la couche de mouillage. Ces porteurs peuvent alors être re-capturés par les BQ de la population 2. Ne pas modéliser la population 1 revient à négliger l'échappement thermique hors des BQ de la population 1 vers la couche de mouillage. Cette simplification est raisonnable, les BQ de la population 1 présentant une énergie de confinement plus grande (280 meV) que les BQ de la population 2 (180 meV). Nous tiendrons toutefois compte de la capture de porteurs de la couche de mouillage par la population 1, sans faire de bilan de porteurs pour cette population de BQ.

Les variations du nombre de porteurs, à la température T , dans la couche de mouillage $n_{cm}(T)$, dans les boîtes quantiques $n_2(T)$, et dans les parois d'inversion $n_{apb}(T)$ en fonction du temps sont données par :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dn_{cm}(T)}{dt} = G - \frac{n_{cm}(T)}{t_{c1}} - \frac{n_{cm}(T)}{t_{c2}} - \frac{n_{cm}(T)}{t_{capb}} + n_2(T) \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}} + n_{apb}(T) \frac{e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}}}{t_{apb}} \\ \frac{dn_2(T)}{dt} = \frac{n_{cm}(T)}{t_{c2}} - \frac{n_2(T)}{t_{r2}} - n_2(T) \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}} - n_2(T) \frac{e^{-\frac{E'_2}{k_B T}}}{t'_{nr2}} \\ \frac{dn_{apb}(T)}{dt} = \frac{n_{cm}(T)}{t_{c\ apb}} - \frac{n_{apb}(T)}{t_{nr\ apb}} - n_{apb}(T) \frac{e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}}}{t_{apb}} \end{array} \right.$$

où

G est le nombre de porteurs générés par seconde

$\frac{n_{cm}(T)}{t_{ci}}$ est le nombre de porteurs de la couche de mouillage capturés par seconde par la population i

$n_2(T) \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}}$ est le nombre de porteurs par seconde qui s'échappent thermiquement de la boîte quantique

$n_2(T) \frac{e^{-\frac{E'_2}{k_B T}}}{t'_{nr2}}$ est le nombre de porteurs par seconde qui se recombinent au niveau du piège non-radiatif

$\frac{n_2(T)}{t_{r2}}$ est le nombre de porteurs par seconde de la population 2 qui se recombinent radiativement

$\frac{n_{cm}(T)}{t_{capb}}$ est le nombre de porteurs de la couche de mouillage capturés par seconde par les parois

$n_{apb}(T) \frac{e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}}}{t_{apb}}$ est le nombre de porteurs par seconde qui s'échappent thermiquement des parois vers la couche de mouillage

t_c étant le temps de capture des électrons, t_r le temps de vie radiatif, t_{nr} le temps de vie non-radiatif à température infinie ¹.

E_2 , et E_{apb} , sont les énergies de confinement de la population 2, et des parois d'inversion. E'_2 est la différence d'énergie entre le niveau du défaut non-radiatif et le niveau fondamental de la population 2.

Les parois d'inversion sont ici modélisées comme des pièges d'une profondeur E_{apb} dans la couche de mouillage. Dans la suite, pour simplifier le problème, nous avons supposé que le temps de capture des porteurs dans les parois était du même ordre que le temps

¹La probabilité de recombinaison non-radiative sur un défaut avec une énergie d'activation E_d est donnée par $\frac{1}{t_{nr}} e^{-\frac{E_d}{k_B T}}$. Quand la température tend vers l'infini, l'expression tend vers $\frac{1}{t_{nr}}$, où t_{nr} est le temps de vie non-radiatif à température infinie.

d'échappement des porteurs hors des parois (ie $t_{capb} = t_{apb}$). Ceci est observé pour les boîtes quantiques où la capture et l'échappement sont assistés par des phonons. Nous faisons l'hypothèse que c'est aussi le cas ici.

En régime stationnaire, la variation dans le temps du nombre de porteurs est nulle. On peut écrire :

$$n_{apb}(T) = \frac{n_{cm}(T)}{t_{apb} \left(\frac{1}{t_{nr2}} + \frac{e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}}}{t_{apb}} \right)} \quad (3.2)$$

$$n_{cm}(T) = \frac{G + n_2(T) \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}}}{\frac{1}{t_{c1}} + \frac{1}{t_{c2}} + \frac{1}{t_{apb}} - \frac{1}{t_{apb} \left(\frac{t_{apb}}{t_{nr2} e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}}} + 1 \right)}} \quad (3.3)$$

$$n_2(T) \left(\frac{1}{t_{r2}} + \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}} + \frac{e^{-\frac{E'_2}{k_B T}}}{t'_{nr2}} \right) = \frac{n_{cm}(T)}{t_{c2}} \quad (3.4)$$

En injectant la relation (3.2) dans (3.3), puis dans (3.4), on obtient après quelques lignes de calcul :

$$n_2(T) = \frac{G}{\left(1 + \frac{t_{c2}}{t_{c1}} + \frac{t_{c2}}{t_{apb}} - \frac{t_{c2}}{t_{apb} \left(\frac{t_{apb}}{t_{nr2} e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}}} + 1 \right)} \right) \left(\frac{1}{t_{r2}} + \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}} + \frac{e^{-\frac{E'_2}{k_B T}}}{t'_{nr2}} \right) - \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}}} \quad (3.5)$$

L'intensité de photoluminescence $I_2(T)$ de la transition fondamentale est donnée par le produit du rendement d'émission spontanée par le nombre de porteurs, soit :

$$I_2(T) = \frac{\frac{1}{t_{r2}}}{\frac{1}{t_{r2}} + \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{t_{nr2}} + \frac{e^{-\frac{E'_2}{k_B T}}}{t'_{nr2}}} n_2(T) \quad (3.6)$$

En faisant ressortir l'expression de l'intensité de photoluminescence à $T = 0$ K

$$I_2(0) = \frac{G}{\left(1 + \frac{t_{c2}}{t_{c1}} + \frac{t_{c2}}{t_{apb}} \right) \frac{1}{t_{r2}}} \quad (3.7)$$

on peut écrire l'intensité de photoluminescence en fonction de la température comme :

$$I_2(T) = \frac{I_2(0)}{\left(1 + a_2 e^{-\frac{E_2}{k_B T}} + a'_2 e^{-\frac{E'_2}{k_B T}}\right)} \quad (3.8)$$

$$\times \frac{(1 + a_{c21} + a_{c2apb})}{\left(1 + a_{c21} + a_{c2apb} - \frac{a_{c2apb}}{\left(\frac{a_{c2nrpb}}{a_{c2apb} e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}} + 1\right)}\right)} \left(1 + a_2 e^{-\frac{E_2}{k_B T}} + a'_2 e^{-\frac{E'_2}{k_B T}}\right) - a_2 e^{-\frac{E_2}{k_B T}}$$

avec $a_2 = \frac{t_{r2}}{t_{nr2}}$, $a'_2 = \frac{t'_{r2}}{t'_{nr2}}$, $a_{c21} = \frac{t_{c2}}{t_{c1}}$, $a_{c2apb} = \frac{t_{c2}}{t_{apb}}$, et $a_{c2nrpb} = \frac{t_{c2}}{t_{nrpb}}$.

On peut décrire l'intensité de photoluminescence $I_2(T)$ en fonction de la température des boîtes quantiques de la population 2 avec ces 9 paramètres. La valeur de $I_2(0)$ est donnée par le spectre de photoluminescence à 77 K (l'intensité de photoluminescence étant constante en-dessous de 77 K). Par ajustement des autres paramètres, on essaye de retrouver l'allure des points expérimentaux (figure 3.27). Nous avons un nombre assez élevé de paramètres, mais nous connaissons l'ordre de grandeur des valeurs des paramètres pour les boîtes quantiques sur substrat de GaAs [13], ce qui nous permet d'avoir un point de départ pour les ajustements, en supposant que les BQ ne sont pas très différentes sur les deux types de substrats.

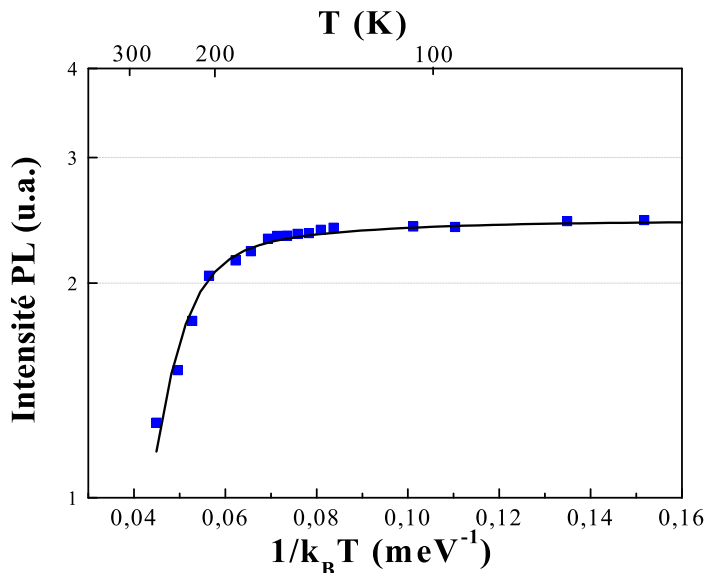


FIG. 3.27: Ajustement des points expérimentaux pour les échantillons à boîtes quantiques sur GaAs (OR4494).

L'ajustement des points expérimentaux de l'échantillon sur GaAs est représenté sur le

graphe de la figure 3.27. Il a été réalisé sans tenir compte des parois d'inversion, du fait de l'absence de celles-ci sur le substrat de GaAs. Les paramètres de l'ajustement sont consignés dans la tableau 3.5. Il y a un bon accord entre la modélisation et les points expérimentaux.

Pour l'échantillon sur PS, ne pas tenir compte des parois d'inversion dans la modélisation ne permet pas de retranscrire correctement l'évolution de l'intensité de photoluminescence en fonction de la température (figure 3.28). La présence des parois semble être à l'origine de l'augmentation de l'intensité de photoluminescence autour de 200 K.

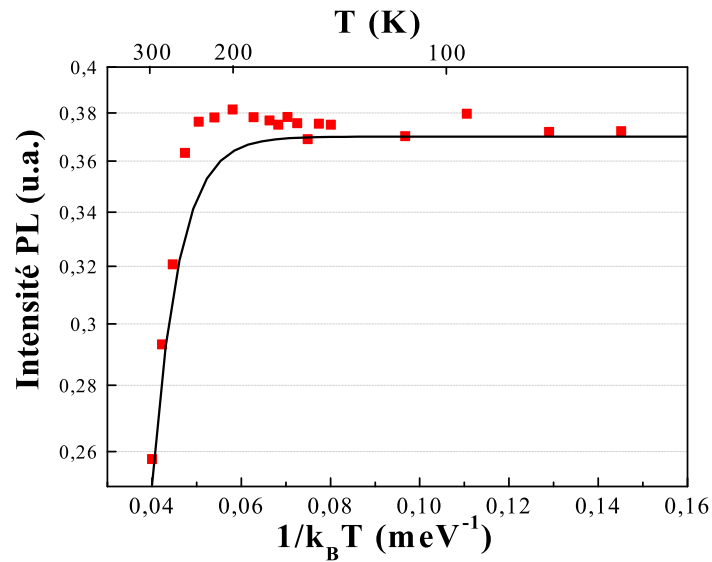


FIG. 3.28: Essai d'ajustement de l'évolution de l'intensité de photoluminescence des boîtes quantiques sur PS de Ge/Si (001) sans tenir compte des parois d'inversion dans le modèle.

En faisant intervenir les parois d'inversion dans le modèle, l'ajustement est en bon accord avec les points expérimentaux. La variation de l'intensité de PL autour de 200 K est bien retranscrite (figure 3.29).

Les valeurs des paramètres utilisés pour réaliser les ajustements des points expérimentaux des graphes des figures 3.27 et 3.29 sont rappelés dans le tableau 3.5 ¹. Comme nous l'avons dit précédemment, la valeur de $I_2(0)$ est donnée par le spectre de photoluminescence à $T = 77$ K. Le paramètre a_{c21} , qui fait intervenir la capture de porteurs par la population 1 de boîtes quantiques n'a que peu d'influence sur la valeur prise par les autres paramètres : il peut varier sur quelques ordres de grandeurs sans entraîner de modifica-

¹Ces valeurs ne serviront qu'à faire des comparaisons entre les deux types de substrats, et non à déduire des valeurs de temps de vie.

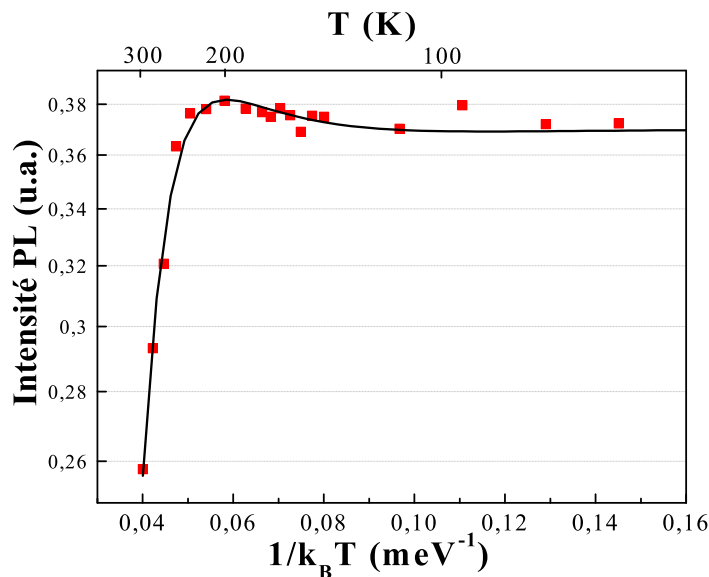


FIG. 3.29: Ajustement des points expérimentaux pour les échantillons à boîtes quantiques sur PS de Ge/Si (001) (Ge9).

tions significatives. Ceci est probablement dû à la plus forte densité de la population 2 (10^{10} cm^{-2}) comparée à la population 1 (10^8 cm^{-2}).

Paramètres	OR4494	Ge9
$I_2(0)$	2,44	0,37
a_{c21}	1	1
a_2	1375	660
E_2 (meV)	175	190
a'_2	0,3	0,4
E'_2 (meV)	34	39
a_{c2nrpb}		150
a_{c2apb}		490
E_{apb} (meV)		54

TAB. 3.5: Valeurs des paramètres pour les ajustements des graphiques des figures 3.27 et 3.29.

D'après le tableau 3.5, on constate que les paramètres de la modélisation des boîtes quantiques sur les deux types de substrats sont assez proches. L'énergie de confinement des boîtes quantiques de la population 2 est un peu plus grande sur pseudo-substrat. Le facteur 2 du paramètre a_2 entre le substrat de GaAs et le PS de Ge/Si signifie que l'échappement thermique hors des boîtes est plus efficace sur substrat de GaAs que sur pseudo-substrat. Les paramètres traduisant le défaut non-radiatif, associé à une incorporation involontaire de carbone, sont similaires sur les deux types de substrats.

La valeur qui nous intéresse est l'énergie E_{apb} qui caractérise la profondeur du piège

constitué par la paroi d'inversion. Les parois sont d'après nos valeurs des pièges peu profonds, ici E_{apb} est égal à 54 meV. Jusqu'à maintenant, la détermination de la position en énergie du niveau associé aux parois d'inversion sur GaAs n'a pas été rapportée. La seule étude, réalisée par microscope à force électrostatique [17,18], montre que le niveau de Fermi en surface au niveau des parois d'inversion est piégé 30 mV en-dessous de celui du GaAs à l'intérieur des domaines d'inversion. Les auteurs précisent cependant que leurs mesures étant effectuées en surface, elles ne peuvent être comparées à des mesures effectuées en volume, comme c'est le cas pour notre étude. D'après nos mesures de photoluminescence et la modélisation de la dynamique des porteurs dans les boîtes quantiques, les parois seraient des pièges pour les porteurs situés à 50 meV en-dessous du niveau de la couche de mouillage des boîtes.

Avec les paramètres définis à la relation (3.8), nous pouvons exprimer le nombre de porteurs dans les parois d'inversion de la façon suivante

$$n_{apb}(T) = \frac{n_{apb}(0)(1 + a_{c21} + a_{c2apb})}{\left(1 + \frac{a_{c2apb}}{a_{c2nrpb}} e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}}\right) \left(1 + a_{c21} + a_{c2apb} - \frac{a_{c2apb}}{\left(\frac{a_{c2nrpb}}{a_{c2apb}} e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}} + 1\right)}\right)} \times \left\{ 1 + \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{\left(1 + a_{c21} + a_{c2apb} - \frac{a_{c2apb}}{\left(\frac{a_{c2nrpb}}{a_{c2apb}} e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}} + 1\right)}\right)} \right\} \times \frac{1}{\left[\frac{1}{a_2} + e^{-\frac{E_2}{k_B T}} + \frac{a_2}{a_2'} e^{-\frac{E_2'}{k_B T}} - \frac{e^{-\frac{E_2}{k_B T}}}{\left(1 + a_{c21} + a_{c2apb} - \frac{a_{c2apb}}{\left(\frac{a_{c2nrpb}}{a_{c2apb}} e^{-\frac{E_{apb}}{k_B T}} + 1\right)}\right)} \right]}$$

où $n_{apb}(0)$ est le nombre de porteurs piégés dans les parois d'inversion à $T = 0$ K.

Pour connaître l'allure de l'évolution de $n_{apb}(T)$ en fonction de la température, la valeur de $n_{apb}(0)$ est arbitrairement fixée à 100. Le graphe de la figure 3.30 représente l'évolution en fonction de la température du nombre de porteurs dans les parois d'inversion. A basse température ($T < 150$ K), n_{apb} est constant : les porteurs sont piégés dans les parois d'inversion. A partir de 150 K, n_{apb} décroît : l'énergie thermique est suffisante pour permettre à des porteurs de s'échapper des parois. La diminution du nombre de porteurs dans les parois d'inversion et l'augmentation du nombre de porteurs dans les boîtes quantiques de la population 2 confirme que des porteurs issus des parois sont capturés par les boîtes quantiques.

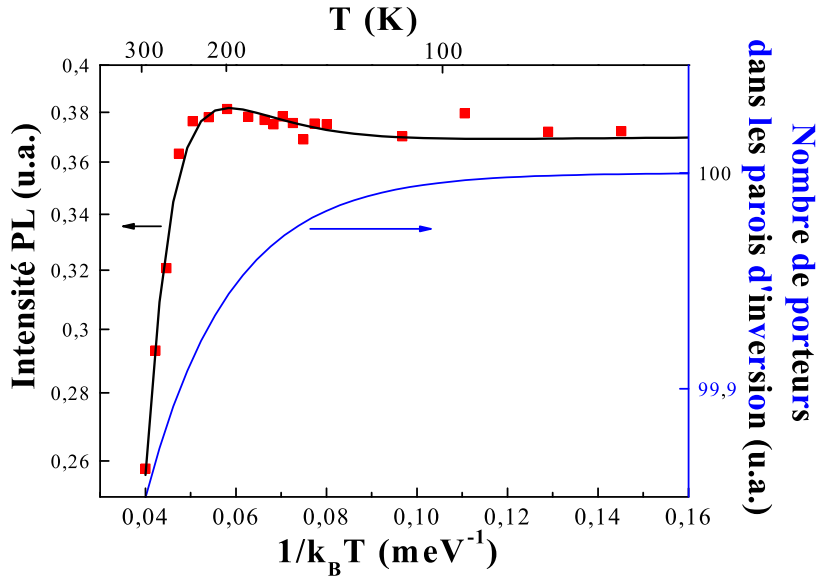


FIG. 3.30: Evolution du nombre de porteurs $n_{apb}(T)$ dans les parois d'inversion, et intensité de photoluminescence de la population 2 de boîtes quantiques en fonction de la température.

Dans les sections 3.2.2 et 3.3.3 nous avons étudié l'évolution de la photoluminescence en fonction de la température de puits quantiques et des boîtes quantiques épitaxiés sur substrat de GaAs et PS de Ge/Si (001). Dans le cas des puits quantiques, la diminution de l'intensité de photoluminescence entre 77 et 300 K est plus forte sur PS que sur substrat de GaAs. A l'opposé, dans le cas des boîtes quantiques, la diminution de l'intensité de photoluminescence entre 77 et 300 K est plus faible sur PS que sur substrat de GaAs.

Nous allons maintenant essayer de comprendre l'origine de cette différence, sachant que les parois d'inversion sont des pièges peu profonds.

Intéressons nous d'abord aux boîtes quantiques.

La figure 3.31 décrit une succession d'étapes qui se proposent d'expliciter le rôle des parois d'inversion dans le piégeage des porteurs libres.

Figure 3.31 (a) : la surface d'un échantillon contenant des boîtes quantiques est schématisée. On trouve des parois d'inversion et des îlots à l'intérieur des domaines d'inversion. Notons que seulement quelques boîtes quantiques sont représentées. En réalité, il y en a beaucoup plus à l'intérieur des domaines (figure 3.17). Les puits de potentiel correspondant aux parois d'inversion et aux boîtes quantiques sont schématisés, par rapport au niveau de la couche de mouillage.

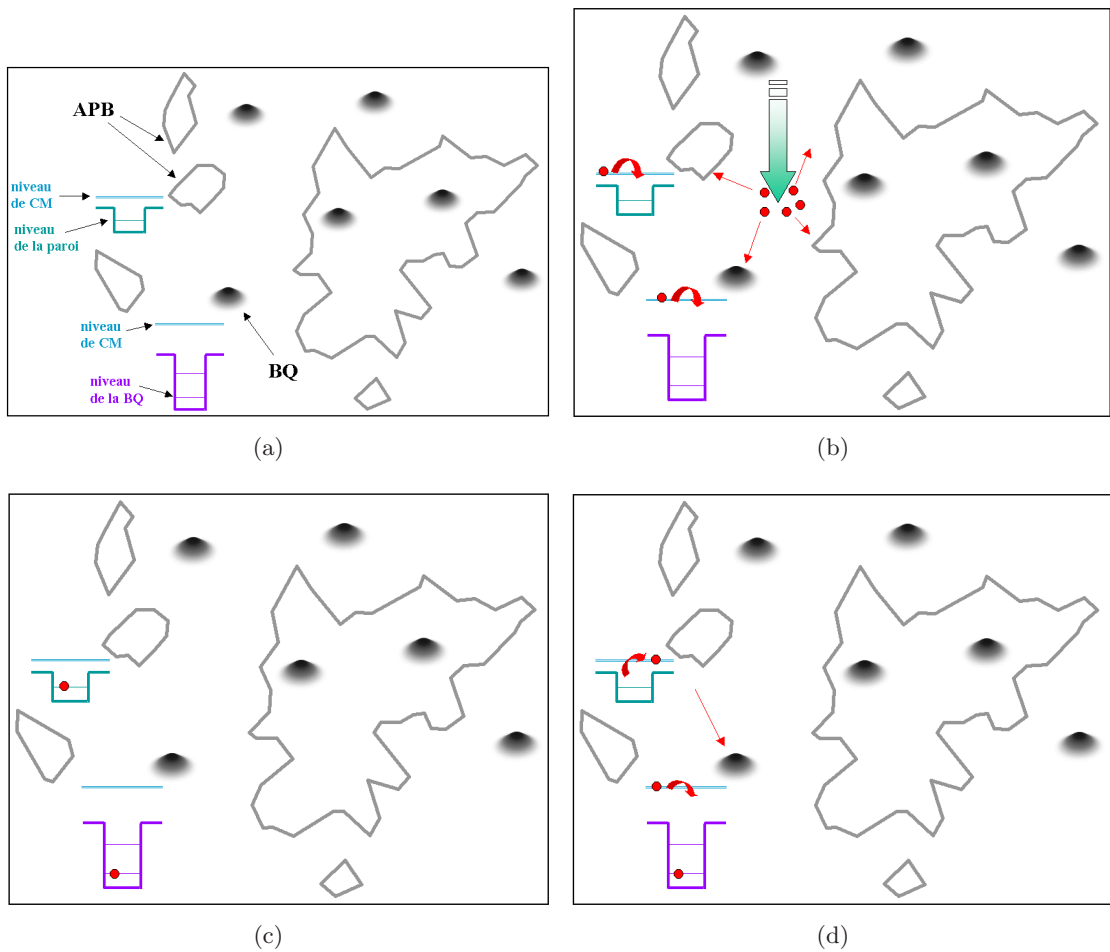


FIG. 3.31: Schématisation du piégeage/dépiégeage des porteurs au niveau des parois d'inversion dans le cas des boîtes quantiques.

Figure 3.31 (b) : nous nous plaçons à basse température. Sous excitation lumineuse, des porteurs libres sont générés dans la couche de mouillage. Ils peuvent diffuser vers les boîtes quantiques ou vers les parois d'inversion.

Figure 3.31 (c) : à basse température, les porteurs restent confinés à l'intérieur du puits de potentiel des parois et des boîtes quantiques.

Figure 3.31 (d) : quand la température augmente, l'énergie thermique fournie aux porteurs est suffisante pour les faire sortir du puits de potentiel de la paroi d'inversion. Le porteur se retrouve dans la couche de mouillage et peut à nouveau diffuser vers les boîtes quantiques, ou se faire piéger par une paroi d'inversion.

On peut ainsi comprendre pourquoi, quand la température augmente, le nombre de porteurs disponibles pour les boîtes quantiques, par extension l'intensité de photoluminescence, augmente. Les parois d'inversion étant des pièges peu profonds ($E_{apb} \sim 50$ meV), leur effet sur les porteurs diminue quand la température augmente. Ainsi, à haute température, si l'on considère des boîtes quantiques identiques, l'intensité de photoluminescence devrait

tendre vers la même valeur sur substrat de GaAs et pseudo-substrat de Ge/Si (001).

Intéressons-nous maintenant à la plus forte diminution de l'intensité de photoluminescence entre 77 et 300 K pour un puits quantique sur pseudo-substrat comparée à un substrat de GaAs.

Pour apporter un élément d'explication, nous avons représenté à la figure 3.32 (a) une structure à puits quantique traversée par des parois d'inversion. La figure 3.32 (b) représente le matériau du puits quantique en perspective. Les parois d'inversion sont représentées comme des plans qui traversent verticalement le puits quantique.

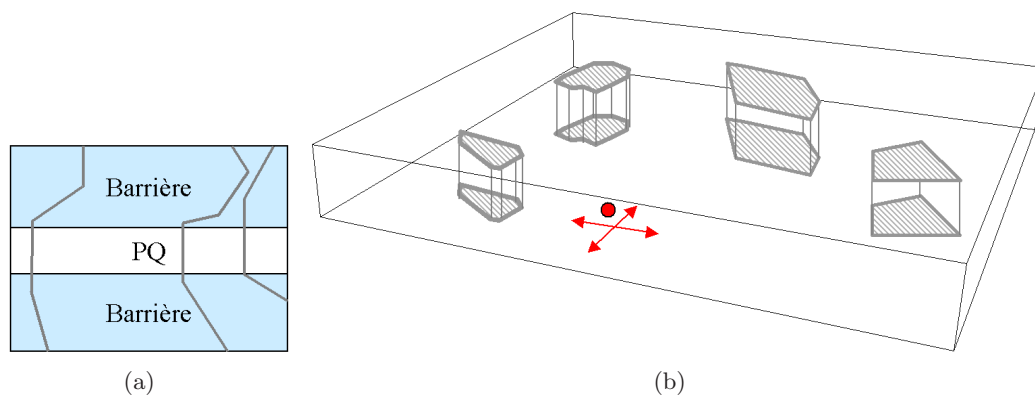


FIG. 3.32: Schématisation d'un puits quantique traversé par des parois d'inversion.

Dans un puits quantique, les porteurs sont confinés dans une direction. Ils peuvent diffuser dans le plan du puits quantique (représenté par les flèches dans la figure 3.32 (b)).

A basse température, les porteurs dans le puits quantique peuvent diffuser dans le matériau, se retrouver piégés par les parois d'inversion, ou se recombiner radiativement. Quand la température augmente, la longueur de diffusion des porteurs augmente, et la rencontre avec une paroi d'inversion devient plus probable, d'où une diminution plus marquée de l'intensité de photoluminescence pour un puits quantique sur pseudo-substrat. Même si des porteurs sont libérés des parois, quand la température est suffisante, ces porteurs auront plus de chance de se faire piéger une nouvelle fois par une paroi, du fait de la grande longueur de diffusion. Dans le cas des boîtes quantiques, une fois que le porteur s'est échappé de la paroi, il diffuse dans la couche de mouillage. Comme entre deux parois, il y a un grand nombre de boîtes quantiques, les porteurs ont une grande probabilité d'être capturés par une boîte. Une fois piégés dans une boîte quantique, ils y restent confinés.

3.5 Conclusion

Au cours de ce chapitre, nous avons étudié la photoluminescence de structures à base de puits quantique et de boîtes quantiques épitaxiées sur pseudo-substrat de Ge/Si (001)

en fonction de la température entre 77 et 300 K. Nous avons vu que l'intensité sur PS était diminuée d'un facteur 40 pour un puits quantique, contre seulement 3 pour des boîtes quantiques, par rapport au substrat de GaAs, à température ambiante. Les parois d'inversion semblent avoir un effet sur l'incorporation d'indium dans le puits quantique d'InGaAs/GaAs, mais ne perturbent que légèrement (alignement des îlots le long des parois) la nucléation des boîtes sur pseudo-substrat. En modélisant la dynamique des porteurs basée sur une étude des variations de l'intensité de photoluminescence des boîtes quantiques en fonction de la température, nous avons proposé une interprétation du rôle des parois d'inversion dans la capture des porteurs. Les parois se comportent comme des pièges peu profonds, dont les effets, dans le cas de boîtes quantiques, diminuent quand la température augmente. Au contraire, dans le cas de puits quantiques, l'effet des parois semble s'accroître quand la température augmente.

Bibliographie

- [1] C. Kammerer
Spectroscopie optique de boîtes quantiques uniques : effets de l'environnement
Thèse de doctorat, (2002)
- [2] L.L. Chang, L. Esaki, R. Tsu
Resonant tunneling in semiconductor double barriers
Appl. Phys. Lett. **24** (12), p593 (1974)
- [3] R. Dingle, W. Wiegmann, C.H. Henry
Quantum states of confined carriers in very thin $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -GaAs- $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ heterostructures
Phys. Rev. Lett. **33** (14), p827 (1974)
- [4] F. Tinjod
Mécanismes de formation des boîtes quantiques semiconductrices, application aux nanostructures II-VI et étude de leurs propriétés optiques
Thèse de doctorat, (2003)
- [5] M.K. Hudait, S.B. Krupanidhi
Self-annihilation of antiphase boundaries in GaAs epilayers on Ge substrates grown by metal-organic vapourphase epitaxy
J. Appl. Phys. **89** (11), p5972 (2001)
- [6] J-P. Debray
Croissance par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques de structures à cavités verticales pour télécommunications optiques
Thèse de doctorat, (1997)
- [7] J.M. Gérard, O. Cabrol, B. Sermage
InAs quantum boxes : highly efficient radiative traps for light emitting devices on Si
Appl. Phys. Lett. **68** (22), p3123 (1996)
- [8] M.V. Maximov, N.N. Ledentsov, V.M. Ustinov, ZH.I. Alferov, D. Bimberg
GaAs-based 1,3 μm InGaAs quantum dot lasers : a status report
J. Electr. Mat. **29** (6), p476 (2000)

- [9] V. Tasco, M.T. Todaro, M. De Vittorio, M. De Giorgio, R. Cingolani, A. Passaseo, J. Ratajczak, J.W. Katcki
Electrically injected InGaAs/GaAs quantum-dot microcavity light-emitting diode operating at 1,3 μm and grown by metalorganic chemical vapor deposition
Appl. Phys. Lett. **84** (21), p4155 (2004)
- [10] G. Saint-Girons, G. Patriarche, A. Mereuta, I. Sagnes
Origin of the bimodal distribution of low-pressure metal-organic vapor phase epitaxy grown InGaAs/GaAs quantum dots
J. Appl. Phys. **91** (6), p3859 (2002)
- [11] J.A. Carlin, S.A. Ringel, E.A. Fitzgerald, M. Bulsara, B.M. Keyes
Impact of GaAs buffer thickness on electronic quality of GaAs grown on graded Ge/GeSi/Si substrates
Appl. Phys/ Lett. **76** (14), p1884 (2000)
- [12] M. Grundmann, D. Bimberg
Theory of random population for quantum dots
Phys. Rev. B **55** (15), p9741 (1997)
- [13] G. Saint-Girons
Epitaxie en phase vapeur aux organométalliques et caractérisations structurales et optiques de boîtes quantiques d'In(Ga)As pour l'émission autour de 1.3 μm sur substrat de GaAs
Thèse de doctorat, (2002)
- [14] G. Patriarche
Epitaxie et défauts cristallins dans les hétérostructures de semiconducteurs II-VI déposés sur GaAs
Thèse de doctorat, (1992)
- [15] J. Tersoff, C. Teichert, M.G. Lagally
Self-organisation in growth of quantum dot superlattices
Phys. Rev. Lett. **76** (10), p1675 (1996)
- [16] G. Saint-Girons, I. Sagnes
Photoluminescence quenching of a low-pressure metal-organic vapor phase epitaxy grown quantum dot array with bimodal inhomogeneous broadening
J. Appl. Phys. **91** (12), p10115 (2002)
- [17] Q. Xu, J.W.P. Hsu
Direct measurement of surface defect level distribution associated with GaAs anti-phase boundaries
Phys. Rev. Lett. **82** (3), p.612 (1999)
- [18] Q. Xu, J.W.P. Hsu
Electrostatic force microscopy studies of surface defects on GaAs/Ge films
J. Appl. Phys. **85** (5), p.2465 (1999)

Chapitre 4

Dispositifs intégrés monolithiquement sur silicium

Au cours des chapitres précédents, nous avons étudié les défauts liés à l'épitaxie de GaAs sur pseudo-substrat de Ge/Si (001) et nous avons montré qu'une optimisation de la reprise de croissance permettait de réduire leur nombre. Les propriétés optiques de structures à base de puits quantiques et de boîtes quantiques ont été étudiées au chapitre 3. Nous avons ainsi pu mettre en évidence la plus faible sensibilité des boîtes quantiques aux parois d'inversion. Dans ce chapitre, nous relatons la réalisation de dispositifs émetteurs sur les pseudo-substrats de Ge/Si (001) (ainsi que sur les PS graduels de Ge/SiGe/Si désorientés et sur Ge pur désorienté), et démontrons la faisabilité de l'intégration monolithique d'émetteurs de lumière sur silicium, via les pseudo-substrats, pour les interconnexions optiques. Dans une première partie, nous nous intéresserons aux structures laser à base de puits quantique d'InGaAs/GaAs émettant par la tranche. Nous rappellerons le principe de l'effet laser, et décrirons les caractéristiques des dispositifs qui permettront de comparer les structures entre elles. Après avoir décrit notre structure laser à base d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs, nous détaillerons la succession des étapes technologiques pour la réalisation de diodes par émission par la tranche. Nous aborderons ensuite l'étude des propriétés optiques et électriques de ces diodes. Dans une seconde partie, nous étudierons des structures à base de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs émettant par la surface. Après une description du principe et de la structure de nos diodes résonnantes à émission par la surface, nous décrirons les étapes technologiques de la fabrication des dispositifs. Enfin, nous détaillerons les caractéristiques de nos diodes.

4.1 Diode à émission par la tranche

Zone active : puits quantique d'InGaAs/GaAs

Cette section est consacrée à l'étude des diodes à émission par la tranche à base d'un puits quantique contraint d'InGaAs/GaAs. Dans un premier temps, nous détaillerons le principe de l'effet laser, et nous présenterons la structure et les étapes technologiques de fabrication du composant. Ensuite, nous discuterons des caractéristiques de nos diodes

(diodes électroluminescentes et diodes laser), et proposerons une méthode pour pallier une des difficultés rencontrées (présence de fissures) et ainsi améliorer les performances des diodes laser.

4.1.1 Principe [1–5]

Considérons le plus simple des lasers à semiconducteur, constitué d'une homojonction p-n d'un matériau à bande interdite directe.

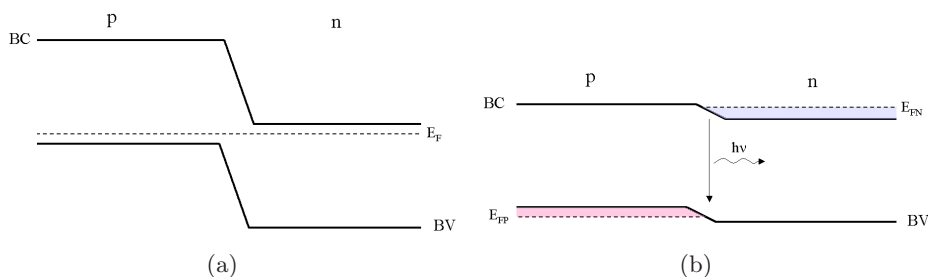


FIG. 4.1: Schémas de bandes d'une jonction p-n non polarisée (a), et polarisée en direct (b).

La figure 4.1 (a) représente le schéma de bandes de l'homojonction p-n. La jonction est non polarisée, et les populations d'électrons et de trous sont à l'équilibre thermodynamique et décrites par le niveau de Fermi E_F . Dans le cas de la figure 4.1 (b), on polarise en direct la jonction, c'est-à-dire que l'on injecte des électrons et des trous. Les populations hors équilibres peuvent être décrites par leurs pseudo-niveaux de Fermi E_{FN} et E_{FP} , pour les électrons et les trous respectivement. A la jonction, il peut y avoir émission de photons par émission spontanée (recombinaison électron-trou) ou par émission stimulée (recombinaison électron-trou provoquée par le passage d'un photon, et qui conduit à l'émission d'un photon de même énergie et même phase que le photon incident). Le photon émis peut être soit absorbé, avec création d'une paire électron-trou, soit impliqué dans l'émission stimulée. Le milieu peut présenter un gain optique quand le nombre de photons absorbés est compensé par le nombre de photons créés. Cette condition est vérifiée quand

$$E_{FN} - E_{FP} > E_g \quad (\text{relation de Bernard-Duraffourg})$$

où

E_{FN} et E_{FP} sont les pseudo-niveaux de Fermi des électrons et des trous, respectivement

E_g est l'énergie de bande interdite du matériau.

Pour observer de l'effet laser, il faut qu'il y ait une contre réaction optique. Pour cela, on place le matériau dans une cavité optique Fabry-Pérot.

Sur la figure 4.2 est schématisée une cavité de longueur L , formée par deux miroirs M_1 et M_2 avec des coefficients de réflexions r et de transmission t . Intéressons nous à l'amplitude

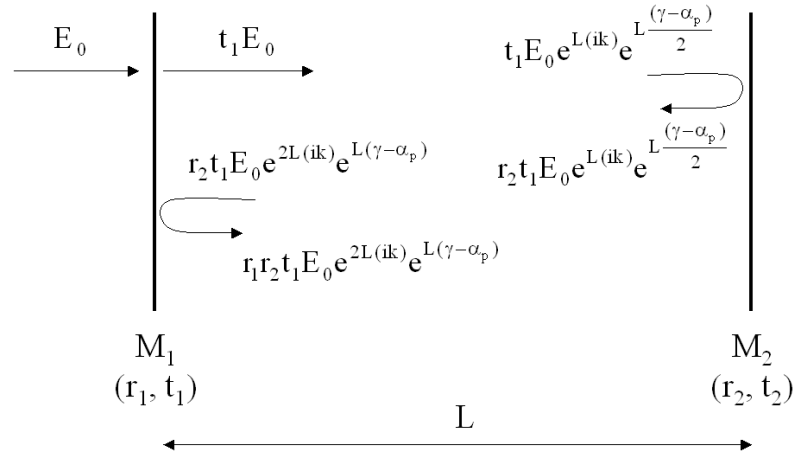


FIG. 4.2: Etablissement d'oscillations laser dans une cavité.

E_0 d'une onde électromagnétique incidente. Après la traversée du miroir M_1 , l'amplitude est donnée par $t_1 E_0$. A l'arrivée au miroir M_2 , le champ électrique a été amplifié de $e^{L \frac{(\gamma - \alpha_p)}{2}}$ et déphasé de $e^{L i k}$, où α_p et γ sont les pertes et le gain du milieu, et k est le vecteur d'onde. Ainsi, après un aller retour, l'amplitude de l'onde s'écrit $r_1 r_2 t_1 E_0 e^{2L i k} e^{L(\gamma - \alpha_p)}$. Le seuil laser est par définition atteint lorsque les pertes optiques sont compensées par le gain, ie quand l'amplitude de l'onde après un aller-retour est égale à sa valeur initiale.

$$t_1 E_0 = r_1 r_2 t_1 E_0 e^{2L i k} e^{L(\gamma - \alpha_p)}$$

Soit

$$r_1 r_2 e^{2L i k} e^{L(\gamma - \alpha_p)} = 1$$

En prenant les parties réelle et imaginaire, on arrive aux deux conditions suivantes sur le gain et sur la longueur d'onde

$$\begin{cases} \gamma = \alpha_p + \frac{1}{L} \ln \frac{1}{R} \\ \lambda = \frac{2nL}{m} \end{cases}$$

où

γ est le gain du milieu

α_p sont les pertes optiques du milieu

L est la longueur de la cavité

R est la réflectance des miroirs (en prenant des miroirs identiques, ie $r_1 = r_2 = r$, et $R = r^2$)

n est l'indice de réfraction du milieu

m est un entier.

Seuls les modes de la cavité optique, définis par $\lambda = \frac{2nL}{m}$, participent à l'effet laser.

Les lasers que nous avons étudiés sont des structures à confinement séparé (*Separate Confinement Heterostructure SCH*).

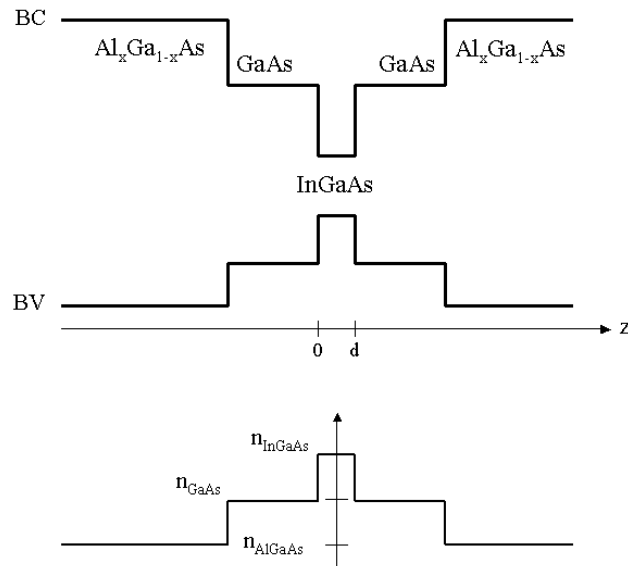


FIG. 4.3: Représentation de la zone active d'une structure laser à confinement séparé (SCH).

Ce type de structure présente de meilleures caractéristiques (meilleur confinement des porteurs et meilleur confinement optique) que les lasers à homojonction. Le schéma de bandes d'une telle structure est donné figure 4.3. Les porteurs injectés sont confinés à proximité du puits quantique d'InGaAs/GaAs par les couches d'AlGaAs qui ont une énergie de bande interdite plus grande que le GaAs. De plus, l'indice de réfraction du GaAs est plus grand que celui de l'AlGaAs : la couche de GaAs joue le rôle de guide optique.

Dans le cas d'une structure SCH, il faut reprendre l'expression de la condition sur le gain. En effet, l'onde guidée déborde spatialement de part et d'autre du puits quantique. Il faut ainsi introduire le facteur de recouvrement Γ , qui correspond à la fraction de l'onde qui peut interagir avec les porteurs dans la zone active. La condition de seuil s'écrit alors

$$\Gamma\gamma = \alpha_p + \frac{1}{L} \ln \frac{1}{R}$$

avec

$$\Gamma = \frac{\int_0^d |E(z)|^2 dz}{\int_{-\infty}^{+\infty} |E(z)|^2 dz}$$

où

$|E(z)|^2$ est l'intensité du champ électrique dans la cavité.

Au-dessus du seuil, la puissance de sortie est donnée par la relation suivante [1].

$$P = \eta_i \frac{\alpha_m}{\alpha_m + \alpha_p} \frac{h\nu}{q} (I - I_{seuil}) \quad (4.1)$$

où

η_i est le rendement quantique interne, correspondant au rapport entre le nombre de photons stimulés émis par le puits quantique et le nombre de porteurs injectés au-dessus du courant de seuil

α_p sont les pertes internes du matériau

α_m sont les pertes aux miroirs, définies par $\alpha_m = \frac{1}{L} \ln \frac{1}{R}$

$h\nu$ est l'énergie des photons

q est la charge de l'électron

I_{seuil} est la valeur du courant au seuil laser

La relation (4.1) nous permet d'introduire le rendement quantique externe η_{ext} , qui correspond au rapport entre le nombre de photons émis hors de la cavité et le nombre de porteurs injectés.

$$P = \eta_{ext} \frac{h\nu}{q} (I - I_{seuil})$$

avec

$$\eta_{ext} = \eta_i \frac{\alpha_m}{\alpha_m + \alpha_p}$$

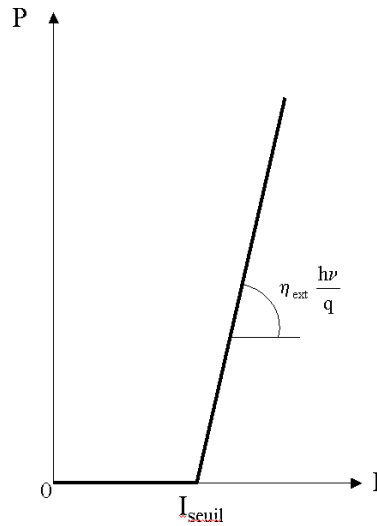


FIG. 4.4: Schéma d'une courbe $P(I)$ d'une diode laser. La pente donne accès au rendement quantique externe η_{ext} .

Ainsi, à partir des courbes de la puissance émise en fonction du courant injecté, on peut estimer le rendement quantique externe.

$$\eta_{ext} = \frac{d\left(\frac{P}{h\nu}\right)}{d\left(\frac{I}{q}\right)}$$

De plus, η_{ext} s'exprime par

$$\eta_{ext} = \eta_i \frac{1}{1 + \frac{\alpha_p L}{\ln(\frac{1}{R})}}$$

soit

$$\frac{1}{\eta_{ext}} = \frac{1}{\eta_i} \left(1 + \frac{\alpha_p L}{\ln(\frac{1}{R})} \right)$$

En traçant la droite représentant l'évolution de l'inverse de η_{ext} en fonction de la longueur de cavité L, on peut estimer le rendement quantique interne η_i et les pertes internes α_p . Ces deux paramètres permettent de comparer entre elles différentes structures laser indépendamment de leur longueur.

De plus, le logarithme de la densité de courant de seuil varie linéairement avec l'inverse de la longueur de la cavité [3]. L'ordonnée à l'origine, c'est-à-dire la densité de courant de seuil J_∞ pour une cavité de longueur infinie, permet aussi de comparer les structures entre elles.

Pour caractériser des diodes laser et les comparer entre elles, on se basera sur trois paramètres tirés des courbes P(I) : la densité de courant de seuil pour une longueur de cavité infinie J_∞ , le rendement quantique interne η_i , et les pertes internes de la cavité α_p .

4.1.2 Description de la structure et étapes technologiques

La structure étudiée est basée sur le même puits quantique d'InGaAs/GaAs que celui décrit au chapitre 3.

200 nm GaAs p
2000 nm Al _{0,3} Ga _{0,7} As p
145 nm GaAs
8 nm InGaAs
145 nm GaAs
2000 nm Al _{0,3} Ga _{0,7} As n
1000 nm GaAs n
370 nm GaAs HT
ALE + 60 nm GaAs BT
substrat

FIG. 4.5: Schéma de la structure des diodes laser à émission par la tranche.

La figure 4.5 décrit la structure de la diode. La croissance commence à 490°C par 20 cycles d’ALE, suivis par 60 nm de GaAs BT. Après une remontée en température jusqu’à 650°C, 370 nm de GaAs sont épitaxiés. Ensuite, une couche de 1 μm de GaAs dopée n à 10^{18} cm^{-3} par du silicium servira de contact n, et 2 μm d’AlGaAs dopés n à $5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ de couche de confinement. Le puits quantique d’InGaAs, non dopé, de 8 nm, est épitaxié au milieu d’un guide de 290 nm d’épaisseur de GaAs non dopé. Suit la couche de confinement de 2 μm d’AlGaAs, dopée p à $5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ par du zinc, et enfin une couche de 200 nm de GaAs fortement dopée p à 10^{19} cm^{-3} , qui servira de contact p.

Les étapes technologiques pour la réalisation de la diode laser à émission par la tranche sont résumées sur la figure 4.6. Les substrats utilisés sont très faiblement dopés p (10^{15} à 10^{16} cm^{-3}), il est impossible de prendre un contact en face arrière pour injecter le courant à travers le silicium et le germanium. Les deux contacts sont donc pris sur la face avant.

Etape (a) : Définition du contact P. On enduit la surface de l’échantillon d’une couche de résine. Par photolithographie, on ouvre des rubans de 50 μm de large. Avant métallisation, on désoxyde la surface en plongeant l’échantillon dans une solution de HCl(37%)/H₂O, avec un rapport de volume 1/1, pendant 30 s. On rince à l’eau désionisée pendant 1 min et on sèche sous azote. 30 nm de titane et 200 nm d’or sont déposés par évaporation sous vide par canon à électrons. Le titane améliore la tenue mécanique de l’or sur la surface.

Etape (b) : Lift-off du métal du contact P. Une fois le métal déposé, on plonge l’échantillon dans de l’acétone, dans un bain à ultra-son. La résine se dissout, emportant le métal qui n’était pas en contact avec le semiconducteur : c’est la *lift-off*. On rince à l’isopropanol et on sèche à l’azote. A la surface de l’échantillon, des rubans de 50 μm de métal sont définis.

Etape (c) : Définition du contact N. On enduit une nouvelle fois de résine l’échantillon. Par photolithographie, on définit des ouvertures de 100 μm de large à environ 200 μm des contacts P.

Etape (d) : Gravure du contact N et dépôt métallique. Pour atteindre la zone fortement dopée n, on grave le semiconducteur par une solution de H₃PO₄/H₂O₂/H₂O, avec les rapports de volume 3/1/16. La vitesse de gravure de cette solution est typiquement de 400 nm.min⁻¹ à 20 °C. C’est une solution de gravure anisotrope qui n’est pas sélective entre GaAs, Al_{0,3}Ga_{0,7}As, et InGaAs. On grave ainsi 4800 nm¹ pour arriver au niveau de la couche de GaAs fortement dopée n. On rince à l’eau désionisée, et on sèche à l’azote. Ensuite, 10 nm de Ni, 60 nm de Ge, 120 nm d’Au, 20 nm de Ni, et 200 nm d’Au sont déposés.

Etape (e) : Lift-off du contact N et recuit du contact. Après dépôt du métal, on effectue un *lift-off*. On recuit ensuite à 400°C pendant 30 s, sous argon hydrogéné, pour faire diffuser les métaux du contact N. Le germanium et l’or forment un alliage

¹La profondeur gravée est vérifiée au profilomètre mécanique.

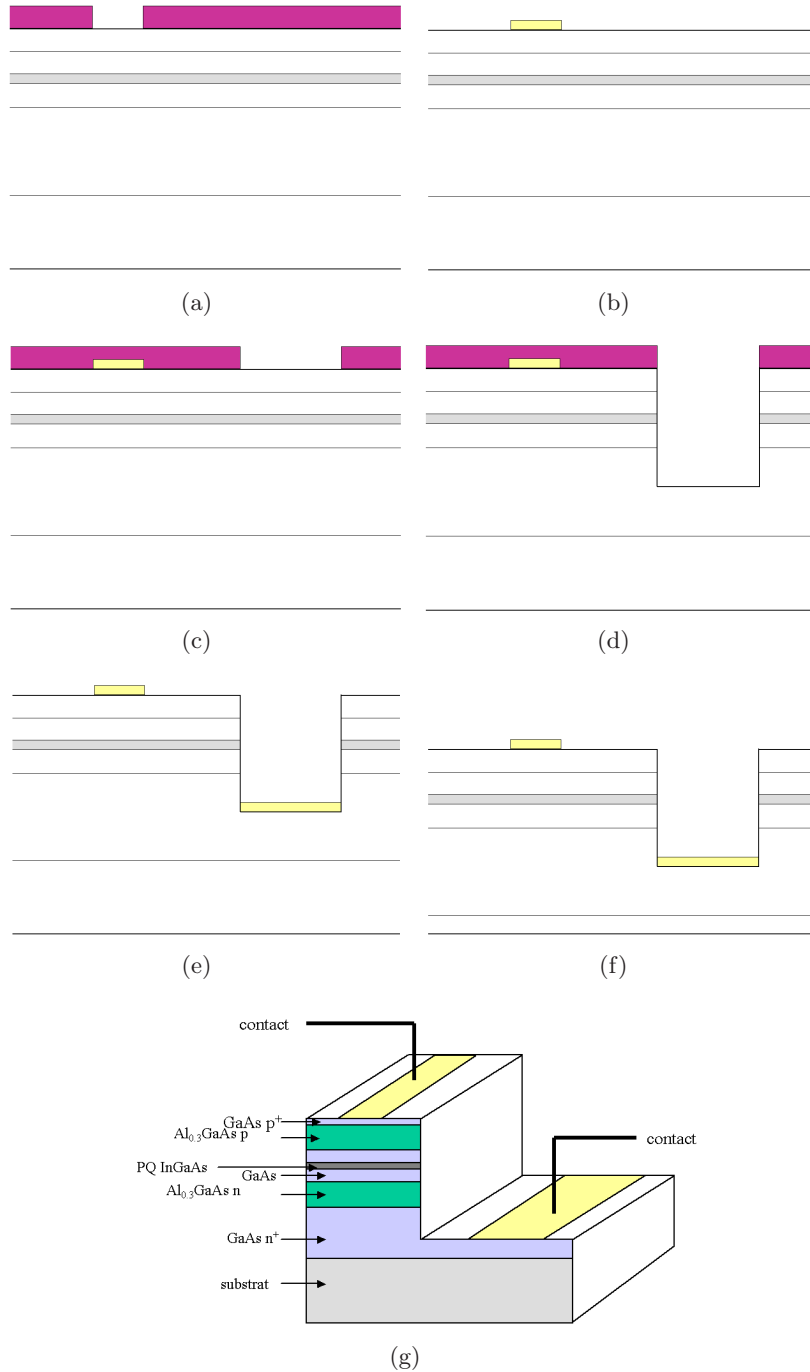


FIG. 4.6: Schématisation des étapes technologiques pour la réalisation d'une diode laser à émission par la tranche.

eutectique de faible résistivité [6,7]. Les deux couches de nickel servent à bloquer la diffusion du germanium du côté de l'échantillon et du côté de la surface.

Etape (f) : Amincissement de la structure. L'échantillon est trop épais pour pouvoir être clivé tel quel. Par polissage de la face arrière de l'échantillon avec une solution d'eau et de poudre de carbure de silicium SiC, on réduit son épaisseur jusqu'à environ $150 \mu\text{m}$.

Etape (g) : Clivage des puces. On clive l'échantillon perpendiculairement aux rubans métalliques, en barrettes de différentes longueurs. Les facettes ainsi formées sont les miroirs ($R \sim 0,3$) délimitant la cavité optique.

Remarque : le clivage sur substrat désorienté n'est pas évident. Les axes de clivage n'étant plus perpendiculaires au méplat de la plaque, l'alignement des rubans pour le contact P à l'étape (a) devient assez hasardeux. De plus, il faut que les échantillons soient suffisamment amincis ($< 150 \mu\text{m}$) pour que la facette soit de bonne qualité. Les facettes peuvent être réalisées par gravure RIE. Cependant, la qualité de telles facettes est inférieure à celles obtenues par clivage [8], entraînant une augmentation de la densité de courant seuil de la diode laser.

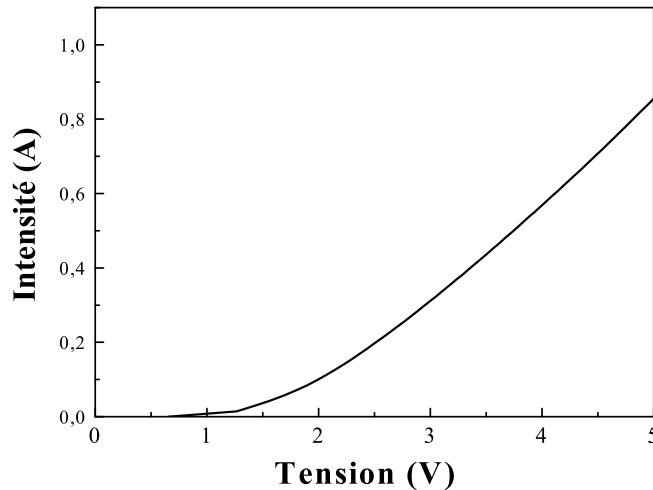


FIG. 4.7: Exemple de courbe $I(V)$ donnant la résistance d'accès de la diode.

La figure 4.7 représente une caractéristique courant-tension $I(V)$ d'une diode sur pseudo-substrat. Les résistances des diodes varient entre 4 et 8Ω . Ces valeurs sont plus élevées qu'avec une technologie où le contact N est pris face arrière (typiquement 2Ω), et peuvent induire des densités de courant de seuil pour l'effet laser plus élevées.

4.1.3 Electroluminescence et effet laser

Nous détaillons maintenant le test des diodes à émission par la tranche. Les tests électriques ont été réalisés sous pointes en courant pulsé (une impulsion de $1 \mu\text{s}$ toutes les ms) afin d'éviter l'échauffement de la structure. La puissance émise a été recueillie par une fibre optique reliée à un analyseur de spectres. Dans les courbes représentant la puissance en fonction de l'intensité, la puissance émise est obtenue grâce à une photodiode en germanium.

Pour chaque type de substrat nous décrivons les résultats obtenus (densité de courant de seuil, rendement, pertes internes), à température ambiante.

1) Diodes sur substrat de GaAs

Le graphe de la figure 4.8 montre le spectre d'émission au-dessus du seuil, en régime d'injection impulsionnelle, en fonction de la longueur d'onde d'une diode laser sur substrat de GaAs. L'émission est centrée autour de 997 nm, et est multimode.

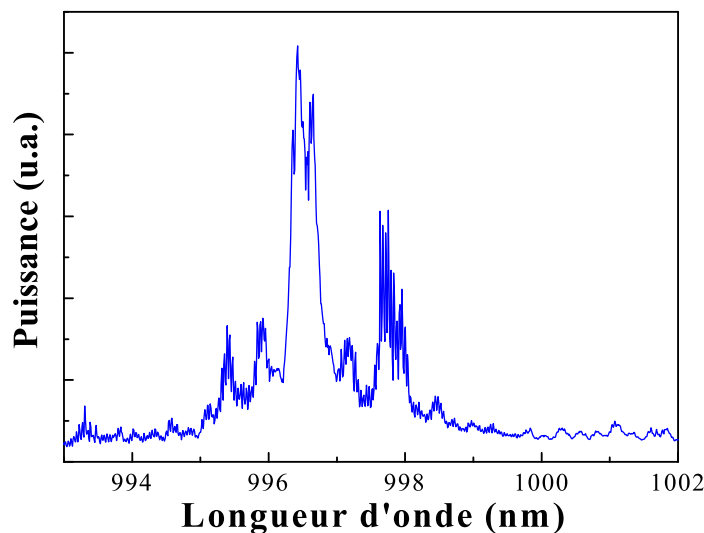


FIG. 4.8: Spectre d'émission d'une diode laser sur substrat de GaAs

Le caractère multimode de l'émission résulte de la grande longueur de la cavité (plusieurs centaines de microns). Par ailleurs, du fait de la largeur de $50 \mu\text{m}$, il y a existence de modes transversaux en plus des modes longitudinaux.

La figure 4.9 (a) représente l'évolution de la densité de courant de seuil en fonction de l'inverse de la longueur de la cavité $1/L$. L'ordonnée à l'origine J_∞ vaut 93 A.cm^{-2} . La variation de l'inverse de η_{ext} avec la longueur de cavité (figure 4.9 (b)) permet de donner

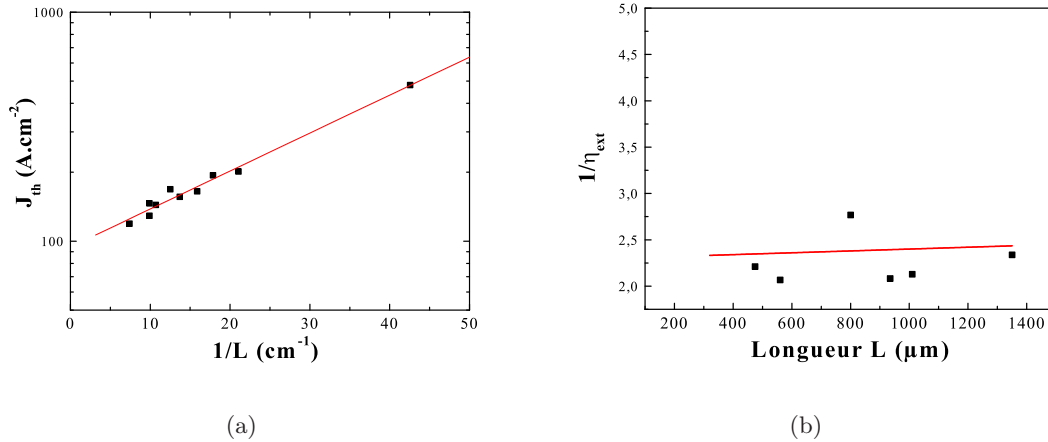


FIG. 4.9: Caractéristiques des diodes laser sur substrat de GaAs : densité de courant de seuil J_{th} en fonction de $1/L$ (a), et inverse du rendement quantique externe η_{ext} en fonction de L (b).

une estimation du rendement interne $\eta_i \sim 40\%$ et des pertes internes de la cavité à α_p de l'ordre de 1 cm^{-1} .

Cette structure nous servira de référence à laquelle les structures sur substrat de Ge pur et pseudo-substrats de Ge/Si seront comparées.

Remarque : une pollution du bâti de croissance est survenue (et persiste toujours au moment de la rédaction de ce manuscrit) pendant la réalisation de nos structures. La diode sur substrat de GaAs que nous venons de décrire a été réalisée au même moment que les diodes sur substrat de Ge pur, PS de Ge/SiGe/Si, et PS de Ge/Si qui suivent. Ces structures n'ont pas subi de pollution. Par contre, les diodes que nous présenterons plus loin (section 4.1.4) et les diodes à cavité résonnante (section 4.2) ont été épitaxiées au moment où le bâti était pollué.

Le graphe de la figure 4.10 représente la densité de courant de seuil en fonction de l'inverse de la longueur de la cavité de diodes laser sur substrat de GaAs, épitaxiées au moment de la pollution. On en déduit une valeur de densité de courant de seuil infini J_∞ de 1600 A.cm^{-2} , ce qui est environ 20 fois supérieur à la valeur obtenue dans les conditions standard. Le rendement interne est aussi très faible ($\sim 7\%$ au lieu des 40% rapportés précédemment). Une contamination compense vraisemblablement le dopage N de nos structures, et est responsable de cette chute des caractéristiques des diodes. Il faudra donc tenir compte de ce problème quand nous discuterons des performances des structures aux sections 4.1.4 et 4.2.

2) Diodes sur substrat de Ge (001) désorienté de 6° vers $\langle 111 \rangle$

Sur substrat de Ge désorienté, l'influence du silicium n'intervient pas comme pour les PS de Ge/SiGe/Si et Ge/Si. De plus, du fait de la désorientation, la formation des parois

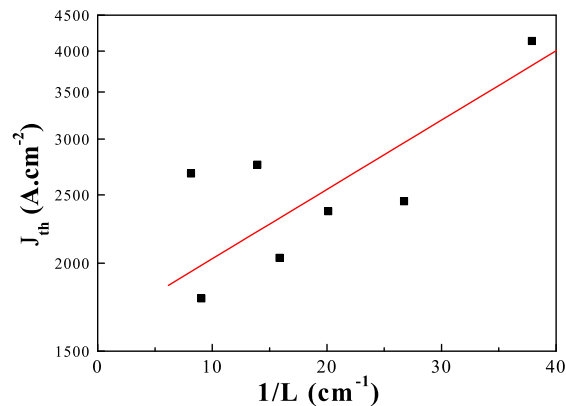


FIG. 4.10: Densité de courant de seuil en fonction de $1/L$ pour une structure laser épitaxiée sur substrat de GaAs pendant la pollution du bâti de croissance : la densité de courant de seuil est bien supérieure aux structures standard.

d'inversion est supprimée.

La figure 4.11 montre une image, au microscope optique, de la surface de l'échantillon sur substrat de germanium pur désorienté. On distingue les deux contacts métalliques.

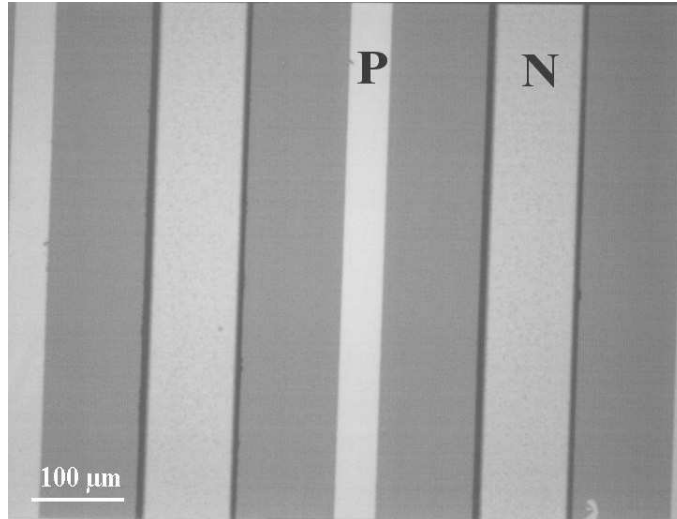


FIG. 4.11: Surface observée par microscope optique de l'échantillon sur substrat de Ge pur avant clivage.

L'effet laser a été obtenu sur ce type de substrat.

Le graphe de la figure 4.12 (a) montre l'évolution de la puissance optique en sortie de la diode laser en fonction du courant injecté. Pour une diode de $830 \mu\text{m}$ de longueur de cavité, le rendement quantique externe est de 10 %. Le graphe représentant la puissance en fonction de la longueur d'onde (figure 4.12 (b)) montre que le spectre multimode de l'émission laser est centré autour de 1030 nm.

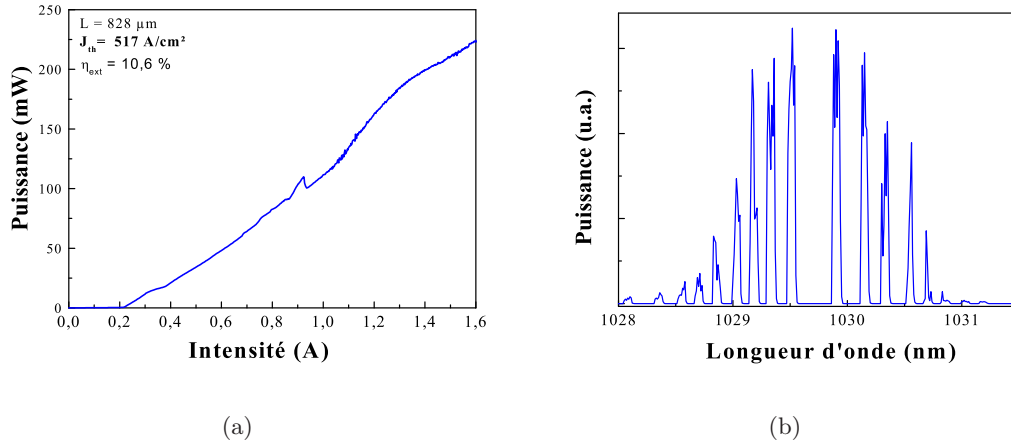


FIG. 4.12: Courbe $P(I)$ (a) et spectre d'émission (b) pour une diode de $828 \mu\text{m}$ sur substrat de Ge pur désorienté, à température ambiante.

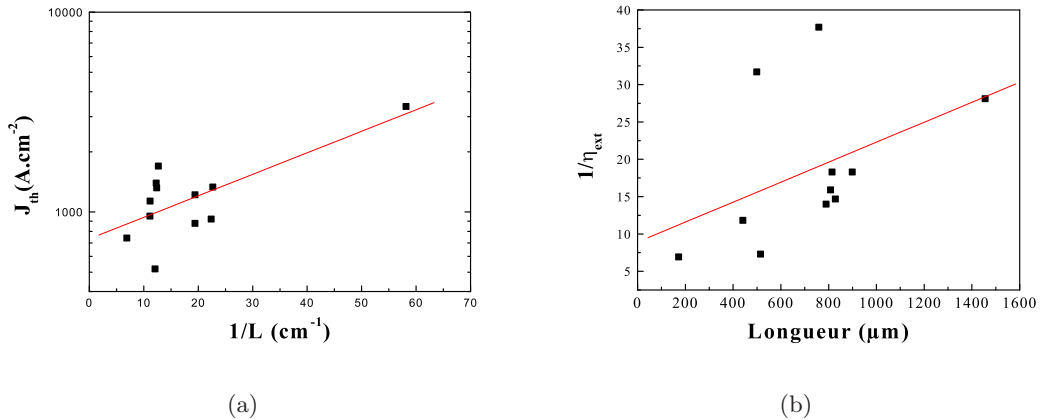


FIG. 4.13: Caractéristiques des diodes laser sur substrat de Ge pur désorienté : densité de courant de seuil J_{th} en fonction de $1/L$ (a), et inverse du rendement quantique externe η_{ext} en fonction de L (b).

Les graphes des figures 4.13 (a) et (b) montrent l'évolution de la densité de courant de seuil en fonction de l'inverse de la longueur de la cavité $1/L$, et l'inverse du rendement quantique différentiel externe en fonction de la longueur L . De ces deux courbes, on tire une estimation de la densité de courant $J_{\infty} = 724 \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$, du rendement quantique interne $\eta_i = 11\%$ et des pertes de la cavité $\alpha_p = 18 \text{ cm}^{-1}$.

Les structures sur substrat de Ge pur présentent des caractéristiques inférieures à celles sur substrat de GaAs. Les diodes sur substrat de GaAs présentent une densité de courant de seuil J_{∞} plus faible que sur substrat de Ge pur désorienté. De même, le rendement quantique interne est plus fort, et les pertes internes sont plus faibles, sur substrat de GaAs.

La diminution du rendement quantique interne peut provenir du fait que la structure sur Ge pur est sur un substrat désorienté. La qualité cristalline n'est pas identique entre les deux substrats, comme on l'a déjà remarqué avec les spectres de photoluminescence au chapitre 3 (intensité de photoluminescence réduite d'un facteur 40 et largeur à mi-hauteur plus grande sur substrat de Ge pur désorienté).

La qualité du clivage sur substrat désorienté peut aussi influencer sur les caractéristiques des diodes. Sur substrat désorienté, les axes de clivage ne sont plus perpendiculaires au méplat du substrat. Après clivage des diodes laser, des facettes non exactement perpendiculaires à la cavité optique peuvent être à l'origine d'une perte supplémentaire de photons, et donc d'une augmentation de α_p . (Notons d'ailleurs que la dispersion des points sur le graphe de la figure 4.13 (b) est probablement due à ce problème de clivage des facettes).

3) Diodes sur pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si (001) désorienté de 6° vers $\langle 111 \rangle$

Sur pseudo-substrat désorienté de Ge/SiGe/Si, la formation des parois d'inversion est supprimée. Par contre, la différence de coefficients de dilatation thermique entre le silicium (donc le pseudo-substrat) et le GaAs va entraîner l'apparition d'une déformation en tension dans la couche de GaAs et l'apparition de fissures dans le matériau.

La figure 4.14 montre la surface de l'échantillon avant clivage.

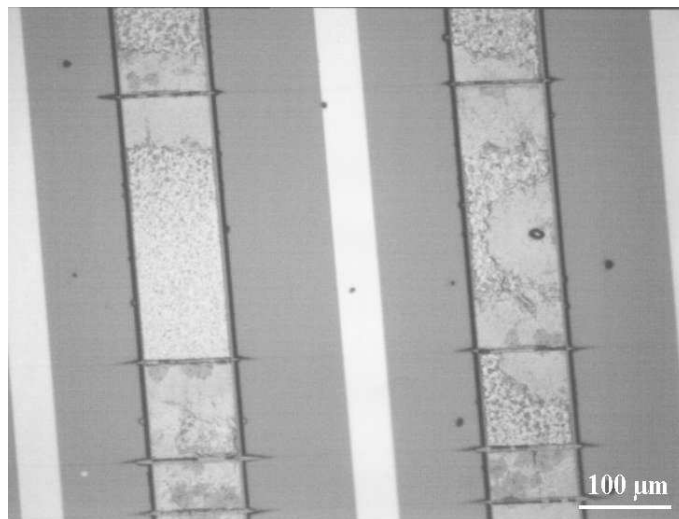


FIG. 4.14: Surface observée au microscope optique de l'échantillon sur PS graduel de Ge/SiGe/Si avant clivage.

On distingue les deux contacts. Perpendiculairement, on remarque des lignes qui traversent la structure : ce sont des fissures (nous en reparlerons un peu plus loin).

Sur pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté, l'effet laser a aussi été observé. Cependant, peu de diodes ont lasé et il n'a pas été possible de déterminer J_∞ , ainsi que le rendement et les pertes internes.

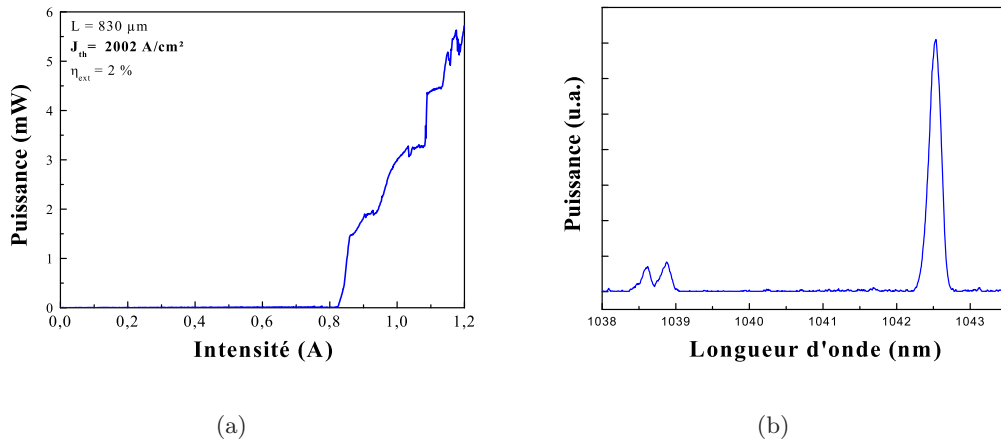


FIG. 4.15: Courbe $P(I)$ (a) et spectre en fonction de la longueur d'onde (b) pour une diode de $830 \mu\text{m}$ sur pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté, à température ambiante.

La figure 4.15 représente une caractéristique $P(I)$ pour une diode de longueur $830 \mu\text{m}$ ainsi que son spectre d'émission. Pour cette diode, la densité de courant de seuil est de 2 kA.cm^{-2} , et le rendement quantique externe est de 2% . (Nous verrons à la section 4.1.4 que ces valeurs ne correspondent pas à la réalité. La densité de courant de seuil est en fait plus élevée du fait des fissures qui réduisent la longueur de la cavité optique.)

Les différences entre le PS graduel de Ge/SiGe/Si et le substrat de Ge pur concernent les densités de courant de seuil et les rendements quantiques externes. La densité de courant de seuil est de 2 kA.cm^{-2} pour le PS graduel et seulement de 500 A.cm^{-2} sur substrat de Ge pur, pour une diode de longueur $830 \mu\text{m}$. Le rendement quantique externe ($\eta_{ext} = 2\%$) est aussi plus faible d'un facteur 5 sur pseudo-substrat graduel. Comme nous le verrons dans la suite, les fissures présentes sur pseudo-substrat de Ge/SiGe/Si sont à l'origine de la chute du rendement de la diode.

Le groupe de recherche de Fitzgerald (MIT, USA) et Groenert [9, 10] a récemment présenté des résultats sur des diodes laser à base de GaAs sur pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté. Les diodes laser à base d'un puits quantique de GaAs/AlGaAs sur pseudo-substrat présentent des rendements quantiques (25%) et des densités de courant de seuil (550 A.cm^{-2}) comparables à ceux d'une structure identique épitaxiée sur substrat de GaAs.

Notre plus forte densité de courant de seuil sur PS graduel peut provenir du fait que la structure active de nos diodes est un puits contraint d'InGaAs. Le puits d'InGaAs est contraint en compression sur le GaAs. La contrainte peut générer une rugosité d'interfaces, ainsi que des défauts ponctuels dans le puits. De plus, Groenert *et al* rapportent, dans le cas de puits d'InGaAs/GaAs épitaxiés sur PS, la présence de dislocations au niveau du puits quantique. Comme on l'a vu dans le chapitre 1, quand il existe un désaccord de

paramètres de maille et au-delà d'une épaisseur critique, des dislocations apparaissent à l'interface couche épitaxiée/substrat. C'est le cas pour le système InGaAs/GaAs. Sur substrat de GaAs, un tel puits ne présente pas de dislocations, toutefois, sur pseudo-substrat de Ge/SiGe/Si, la contrainte n'est pas la même que sur substrat de GaAs. La présence de dislocations peut conduire à l'augmentation du courant de seuil [9]. Rappelons de plus que nos pseudo-substrats graduels n'ont pas subi d'étape de polissage mécano-chimique, et qu'ils présentent une forte rugosité ($\sigma_{rms} = 3,6$ nm comparé à 0,3 nm pour un substrat de GaAs). Les variations d'épaisseur du puits quantique dues à la forte rugosité de la surface du PS peut aussi être responsable d'une augmentation du courant de seuil. L'utilisation d'une étape de polissage a permis à Groenert *et al* de réduire la rugosité de leur PS et ainsi de diviser par 2 la densité de courant de seuil et d'augmenter de moitié le rendement de la diode.

La présence de dislocations au niveau du puits peut aussi expliquer la plus faible durée de vie de nos diodes laser, de l'ordre de la dizaine de minutes, en comparaison de quelques heures [9]. La migration des dislocations à travers le puits, connu sous le nom de « *dark line defects* » aboutit à la dégradation de la structure [11].

L'effet laser a été obtenu sur substrat de Ge pur désorienté et sur PS de Ge/SiGe/Si désorienté. Les caractéristiques (densité de courant de seuil, rendement quantique interne) sont moins bonnes que sur substrat de GaAs. La désorientation et la présence de fissures (pour le pseudo-substrat) sont à l'origine de cette différence. Toutefois, l'émission laser à une longueur d'onde de 1 μm , à température ambiante et en pulsé, d'une diode à émission par la tranche à base d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs contraint, monolithiquement intégrée sur silicium via une couche graduelle de Ge, est un résultat très encourageant.

4) Diodes sur pseudo-substrat de Ge/Si (001)

Sur ce type de pseudo-substrat exactement orienté selon le plan (001), on trouve des parois d'inversion, et des fissures.

Les figures 4.16, obtenues au microscope optique, montrent que des fissures (a) et des parois d'inversion (b) sont présentes dans l'échantillon. Les paramètres de croissance de l'étape d'ALE ne sont pas ceux de la séquence optimisée, déterminés au chapitre 2.2. L'épaisseur de GaAs basse température après le super-réseau est de 60 nm. Ici, le matériau n'est pas mono-domaine à 90%.

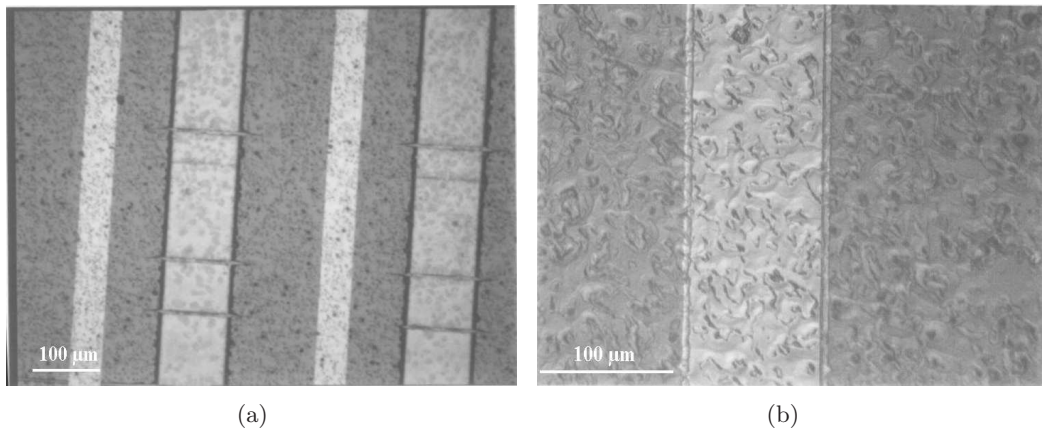


FIG. 4.16: Surface, observée au microscope optique, de l'échantillon sur PS de Ge/Si (001) avant clivage. On peut observer des parois d'inversion à la surface, ainsi que des fissures.

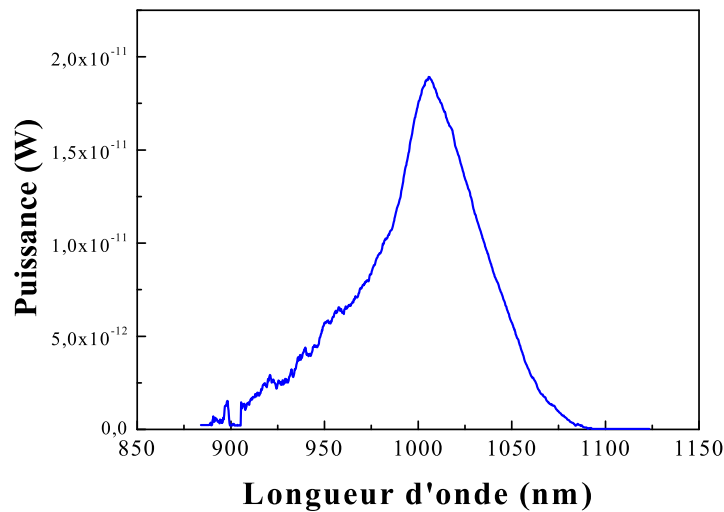


FIG. 4.17: Spectre d'électroluminescence en fonction de la longueur d'onde pour une diode sur PS de Ge/Si (001).

Sur le pseudo-substrat de Ge/Si orienté (001), l'effet laser n'a pas pu être observé. La figure 4.17 montre le spectre d'électroluminescence d'une diode sur PS de Ge/Si (001). L'électroluminescence est centrée autour de 1000 nm. La puissance optique de sortie est faible : elle est de l'ordre de quelques dizaines de picowatts pour une densité de courant de 100 A.cm^{-2} . (Rappelons que la puissance est mesurée par l'analyseur de spectre après couplage avec une fibre optique. Des pertes dues au couplage diminuent la valeur de la puissance effectivement émise par la diode). La faible puissance de sortie de

l'électroluminescence résulte certainement de la présence simultanée de fissures dans la structure et de parois d'inversion.

L'électroluminescence d'une diode à émission par la tranche, à température ambiante et à la longueur d'onde de $1 \mu\text{m}$ a été observée. La faible puissance de sortie résulte de la présence simultanée, sur ce type de pseudo-substrat, de parois d'inversion et de fissures.

4.1.4 Fissures

1) Description des fissures

Nous avons abordé le sujet au cours du chapitre 1, en montrant que la différence entre les coefficients de dilatation thermique du GaAs et du Si pouvait conduire à l'apparition de fissures dans la couche, au-delà d'une épaisseur critique t_c de GaAs épitaxié.

Sur les figures 4.14 et 4.16 (a), on remarque la présence de fissures sur les échantillons épitaxiés sur pseudo-substrat. Les structures sur substrat de Ge pur ne présentent pas de fissures.

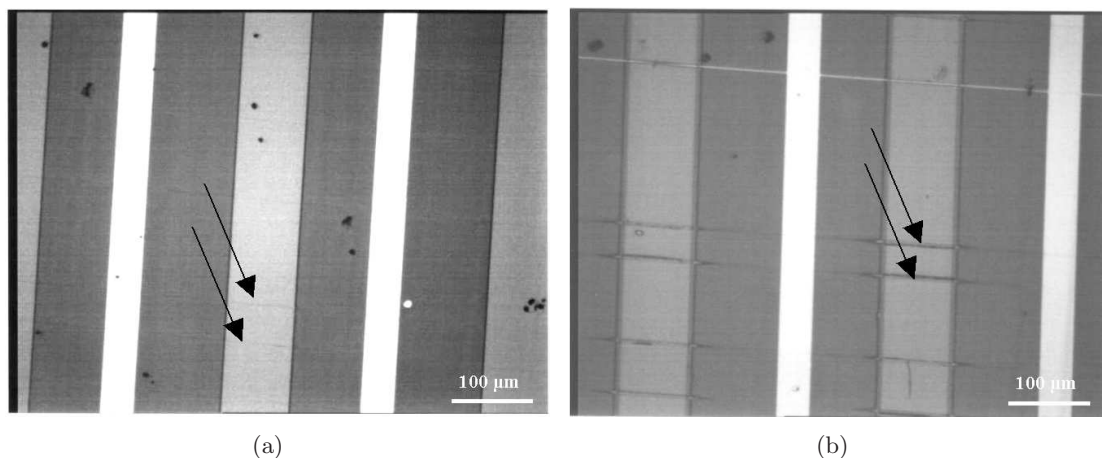


FIG. 4.18: Surface, observée au microscope optique, d'une structure laser sur pseudo-substrat. Les flèches pointent les fissures.

Les photos de la figure 4.18 montrent les fissures sur un échantillon comprenant une structure laser avant (a) et après (b) gravure du contact N (la gravure humide révèle les fissures). Comme nous l'avons dit à la section 3.2.2 du chapitre 3, le coefficient de dilatation thermique du pseudo-substrat (Ge/Si ou le graduel Ge/SiGe/Si) est gouverné par celui du silicium. Quand l'épaisseur épitaxiée dépasse l'épaisseur critique, l'énergie élastique emmagasinée est suffisante pour créer des fissures dans le matériau.

Les fissures forment un réseau à deux dimensions. Une fissure ne s'arrête qu'à un bord de l'échantillon ou quand elle rencontre une autre fissure (figure 4.19).

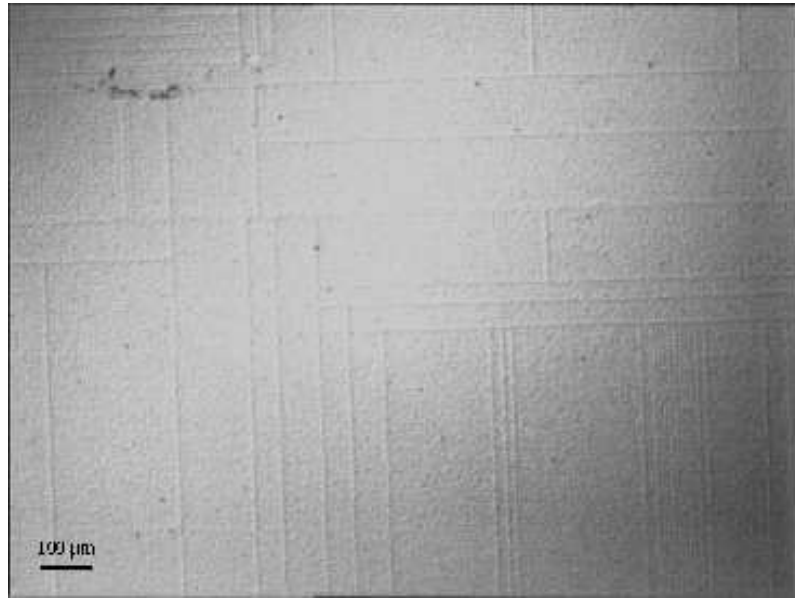
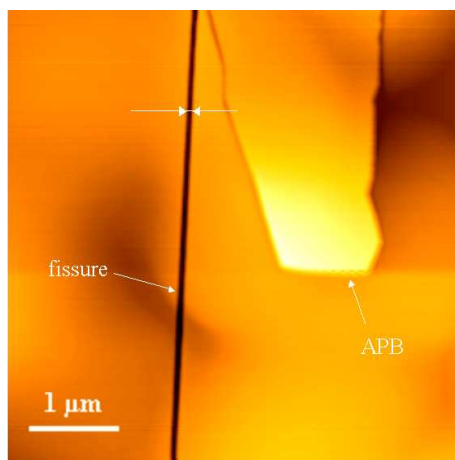


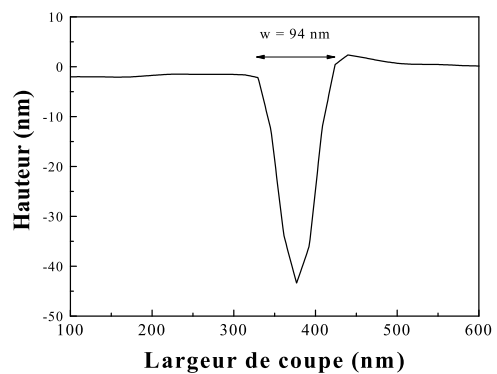
FIG. 4.19: Surface, observée au microscope optique, d'un échantillon sur pseudo-substrat présentant des fissures. Les fissures forment un réseau bi-dimensionnel.

Nous avons estimé à l'aide d'un microscope optique, la densité de fissures, ie le nombre de fissures par unité de longueur, à la surface des échantillons. Pour une épaisseur de $6 \mu\text{m}$ de GaAs épitaxié, la densité de fissures est de $41,6 \text{ mm}^{-1}$, soit en moyenne une fissure tous les $25 \mu\text{m}$.

La largeur de la fissure au niveau de la surface de l'échantillon a été estimée par AFM. La figure 4.20 montre la surface d'une structure laser. On distingue une paroi d'inversion et une fissure.



(a)



(b)

FIG. 4.20: Surface d'un échantillon avec une structure laser sur pseudo-substrat (a), et coupe au niveau de la fissure (b) (AFM).

La largeur moyenne des fissures déduite de mesures AFM sur plusieurs échantillons d'épaisseur $6 \mu\text{m}$ est de 94 nm .

Pour estimer la profondeur de la fissure, on observe à l'aide du MEB la facette clivée d'un échantillon (figure 4.21).

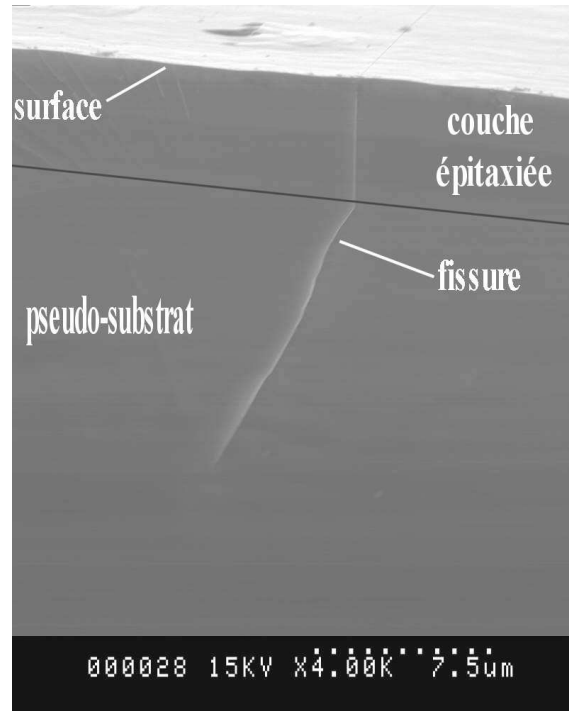


FIG. 4.21: Fissure dans une structure laser épitaxiée sur PS de Ge/Si (MEB). L'interface pseudo-substrat/couche épitaxiée a été matérialisée par une ligne.

D'après la figure 4.21, la fissure se prolonge dans le pseudo-substrat. Ceci peut provenir, d'une part, du fait qu'au moment de l'épitaxie du pseudo-substrat, la couche de germanium se fissure et on retrouve après la croissance du GaAs cette même fissure qui s'est poursuivie dans la couche de GaAs. D'autre part, cela peut provenir du fait que la fissure générée dans la couche de GaAs se prolonge dans le pseudo-substrat. En effet, l'énergie élastique résiduelle dans la couche de GaAs est plus faible dans la configuration où la fissure se prolonge dans le substrat que dans le cas où elle s'arrête à l'interface [12, 13].

2) Effet des fissures sur les propriétés électriques et optiques des diodes

Nous avons étudié l'effet des fissures sur le fonctionnement de nos structures. En effet, il a été rapporté [14] que les fissures pouvaient diffuser la lumière, empêcher la circulation du courant dans le plan, ou faire des courts-circuits. Les deux derniers points sont faciles à comprendre. La fissure étant une cassure dans la couche, elle gêne la diffusion des porteurs dans le plan des couches (figure 4.22).

La figure 4.23 montre comment une fissure peut créer un court-circuit dans la structure.

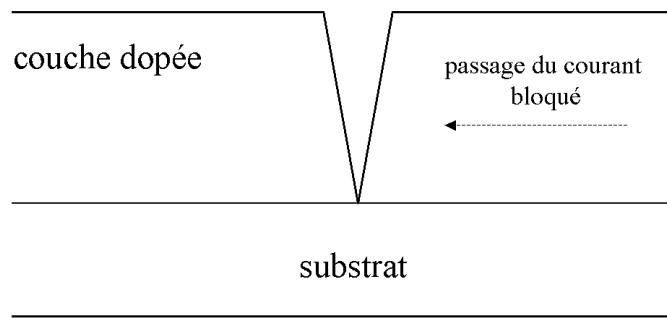


FIG. 4.22: Schéma d'une fissure empêchant la circulation du courant dans une couche.

Lors du dépôt métallique pour les contacts, du métal peut se déposer dans la fissure et mettre au même potentiel les couches N et P.

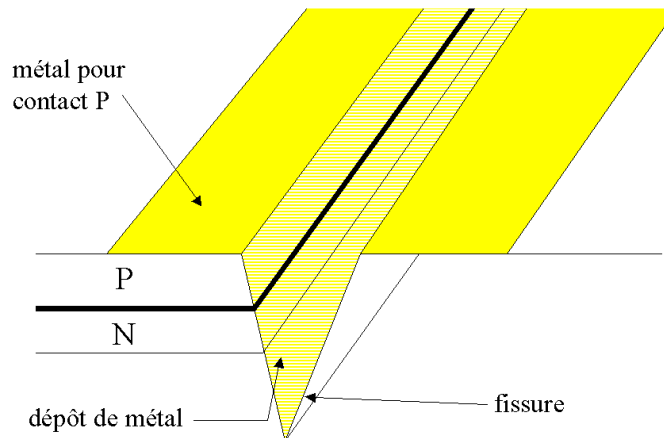


FIG. 4.23: Schéma d'une fissure à l'origine d'un court-circuit.

Pour étudier l'effet des fissures sur la propagation de la lumière dans la cavité optique, nous avons utilisé la réflectométrie à faible cohérence (*Optical Low-Coherence Reflectometry* OLCR), en collaboration avec Elchuri Rao. Cette technique, décrite plus en détail à l'annexe F, permet de détecter et de localiser les défauts dans les composants. Dans notre cas, elle permet de déterminer si les fissures ont un rôle dans la propagation des photons dans la cavité.

Le graphe de la figure 4.24 est le réflectogramme d'une diode laser sur substrat de Ge pur désorienté.

En ordonnée sont représentées les pertes dues à la réflexion en fonction de la distance dans l'échantillon. Elles sont définies par $10 \log \left(\frac{I_r}{I_i} \right)$, où I_i et I_r sont les intensités de la lumière incidente et réfléchie, respectivement. Sur ce graphe, on observe deux pics : le premier dû à la réflexion sur la face d'entrée, et le second pic dû à la réflexion sur la face de sortie de la diode. La distance entre les deux pics correspond à la longueur de la diode ($530 \mu\text{m}$).

La figure 4.25 montre le réflectogramme pour une diode laser épitaxiée sur substrat

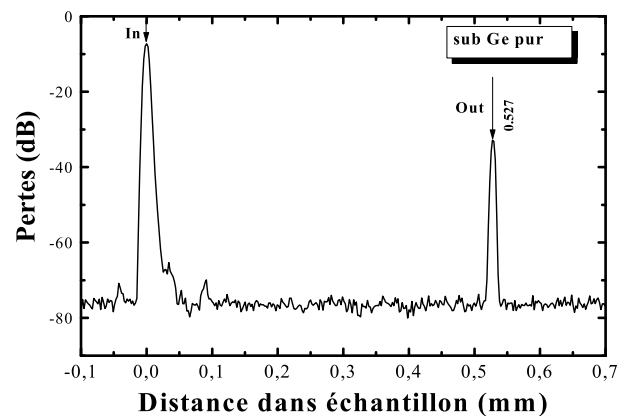


FIG. 4.24: Réflectogramme d'une diode laser épitaxiée sur substrat de Ge pur désorienté.

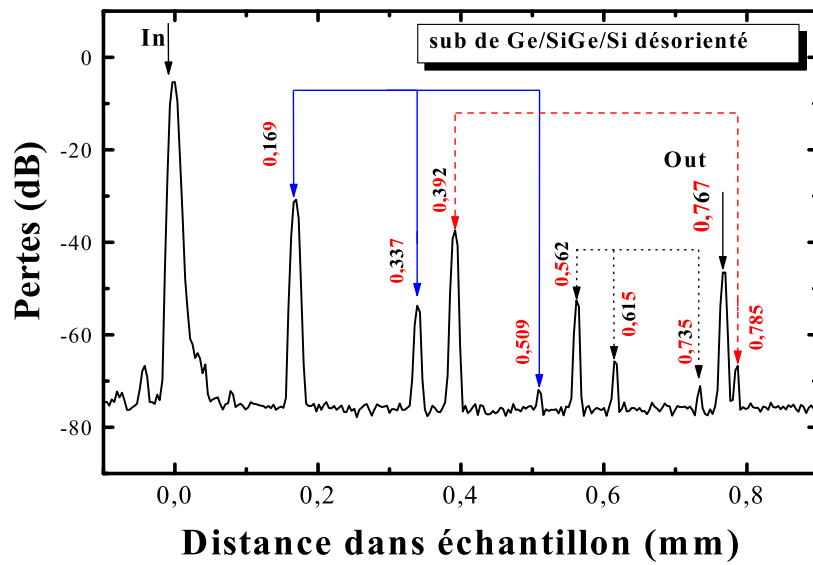
graduel de Ge/SiGe/Si.

Cette fois, en plus des pics des facettes d'entrée et de sortie, il y a toute une série de pics qui correspondent à des réflexions à l'intérieur de la cavité optique. Chaque groupe de réflexion (désigné par une flèche différente) est attribuable à une fissure perpendiculaire à la cavité. Une fissure est à l'origine de plusieurs pics sur le réflectogramme, car la lumière peut faire plus d'un aller-retour avant d'être détectée. On retrouve, sur la photo au microscope optique de la surface de la diode 4.25 (b), les trois fissures. Ceci confirme la fiabilité de la technique.

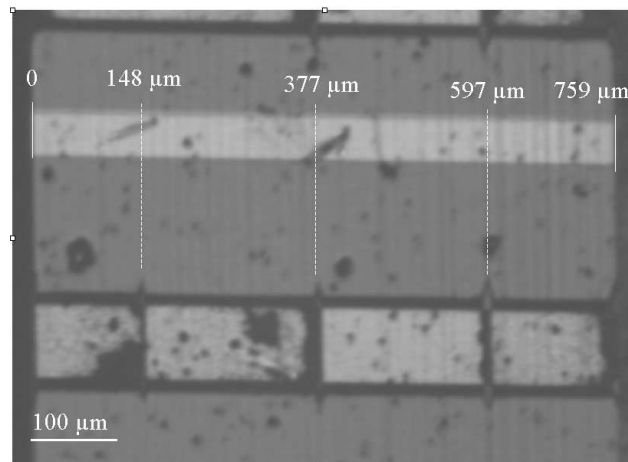
Dans le cas où les fissures sont parallèles à la cavité optique, le réflectogramme est celui donné figure 4.26.

Les deux diodes testées figures 4.25 et 4.26 proviennent du même échantillon. L'absence de pics entre les deux réflexions des facettes dans le cas où les fissures sont parallèles à la cavité, implique que les fissures ont effectivement un effet sur la propagation de la lumière dans la cavité. Elles sont à l'origine de réflexions parasites. Il faudrait donc que la cavité optique soit parallèle aux fissures.

L'intensité réfléchi au niveau d'une fissure est importante : elle est du même ordre que pour la facette de sortie dans la figure 4.24. Ceci pourrait faire que la véritable longueur de cavité n'est pas la longueur de la diode, mais la distance entre la facette d'entrée et une fissure. Pour vérifier cela, revenons sur les spectres d'émission des diodes laser sur substrats de Ge pur et sur pseudo-substrat de Ge/SiGe/Si (figures 4.27 (a) et 4.27 (b)).



(a)



(b)

FIG. 4.25: (a) Réflectogramme d'une diode laser épitaxiée sur pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté, et (b) photo (microscope optique) de la diode testée . Cas où les fissures sont perpendiculaires à la cavité optique.

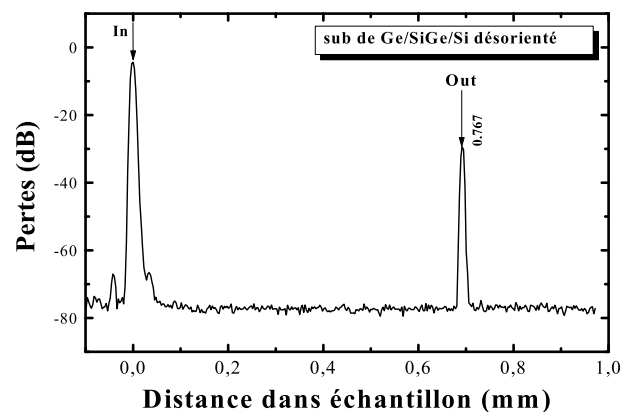


FIG. 4.26: Réflectogramme d'une diode laser épitaxiée sur substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté : cas où les fissures sont parallèles à la cavité optique.

La distance spectrale $\Delta\nu$ entre deux modes longitudinaux de la cavité, ie l'intervalle spectral libre, est donnée par

$$\Delta\nu = \frac{c}{2nL}$$

où

c est la vitesse de la lumière dans le vide

n est l'indice de réfraction de la cavité

L est la longueur de la cavité.

Ce qui s'écrit en fonction de la longueur d'onde

$$\Delta\lambda = \frac{\lambda^2}{2nL}$$

Pour des longueurs de cavité L grandes (dans notre cas elles sont de l'ordre de quelques centaines de μm), l'intervalle $\Delta\lambda$ entre deux longueurs d'onde du spectre laser sera petit. Ainsi, d'après les spectres laser, on peut remonter à la longueur de cavité L .

$$L = \frac{\lambda^2}{2n\Delta\lambda}$$

Dans les deux cas (figures 4.27 (a) et 4.27 (b)), la résolution de l'analyseur de spectre est suffisante pour résoudre les modes longitudinaux des spectres d'émission. On distingue de plus sur la figure 4.27 (a) les modulations, dues aux modes transverses, des pics des modes longitudinaux.

Dans le cas de la diode sur substrat de Ge pur, on obtient les valeurs suivantes

$$\Delta\lambda = 0,18 \text{ nm}$$

$$\lambda = 1030 \text{ nm}$$

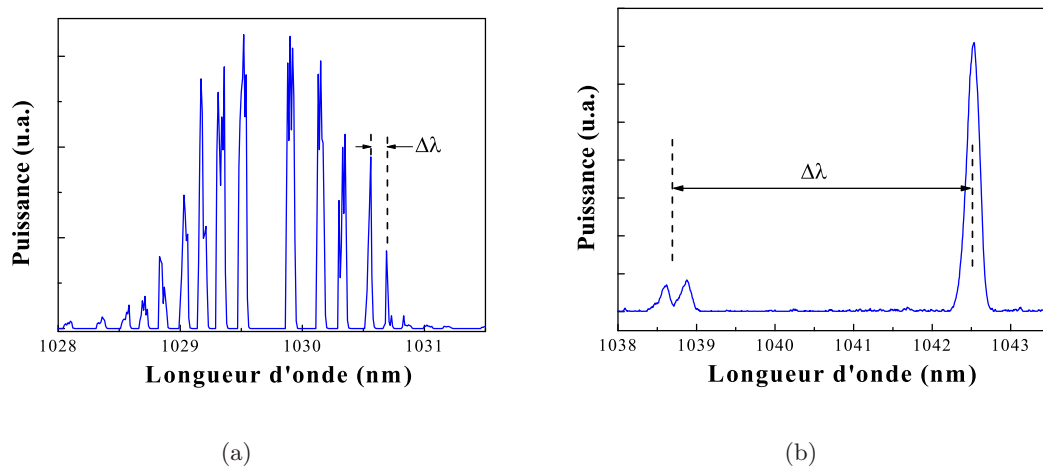


FIG. 4.27: Comparaison des spectres de l'émission laser de diodes sur substrat de Ge pur désorienté et PS graduel désorienté pour la détermination de la longueur de la cavité.

Ce qui donne une longueur L de cavité $840 \mu\text{m}$ ce qui correspond à la longueur de la diode. Pour la diode sur PS de Ge/SiGe/Si, les valeurs sont

$$\Delta\lambda = 3,80 \text{ nm}$$

$$\lambda = 1040 \text{ nm}$$

La longueur de la cavité est ici de $40 \mu\text{m}$. La diode avait une longueur de $830 \mu\text{m}$. La cavité optique est, dans ce cas, vraisemblablement définie par une facette de clivage et une fissure.

La longueur de la cavité optique à l'origine de l'effet laser est de $40 \mu\text{m}$, et non pas $830 \mu\text{m}$ comme supposé précédemment. Les valeurs annoncées à la section 4.1.3 de la densité de courant de seuil et du rendement quantique interne pour la diode sur PS désorienté de Ge/SiGe/Si sont donc erronées. En tenant compte de la longueur effective de la cavité, on arrive à une densité de courant de seuil de 40 kA.cm^{-2} . C'est une valeur très élevée. Le rendement quantique interne de 2 % n'a plus de sens : la lumière émise hors de la cavité est absorbée par le matériau. Le rendement serait probablement plus grand, mais nous ne pouvons avancer aucune valeur.

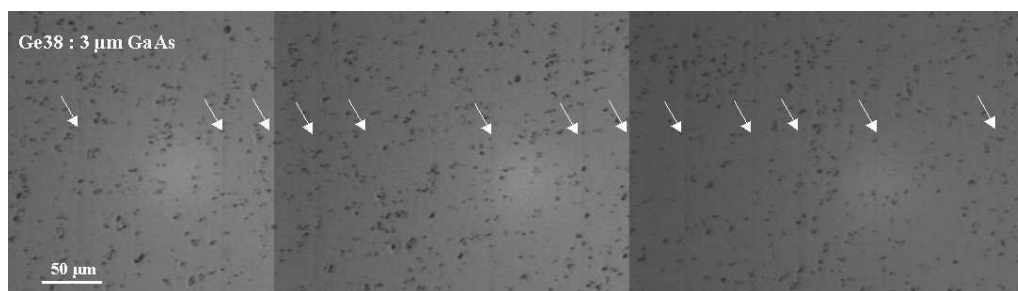
Les fissures ont un effet très important sur la propagation de la lumière dans la cavité. On vient de voir qu'elles réfléchissent la lumière et que la longueur réelle de la cavité optique n'est plus celle définie par le clivage. La présence de fissures perpendiculaires à la cavité doit être responsable du faible nombre de diodes qui ont présenté l'effet laser. Dans les conditions actuelles, pour une épaisseur de $6 \mu\text{m}$ on trouve en moyenne une fissure tous les $25 \mu\text{m}$. Pour améliorer les

dispositifs, il faut supprimer les fissures de la cavité. La densité de fissures doit être fortement diminuée.

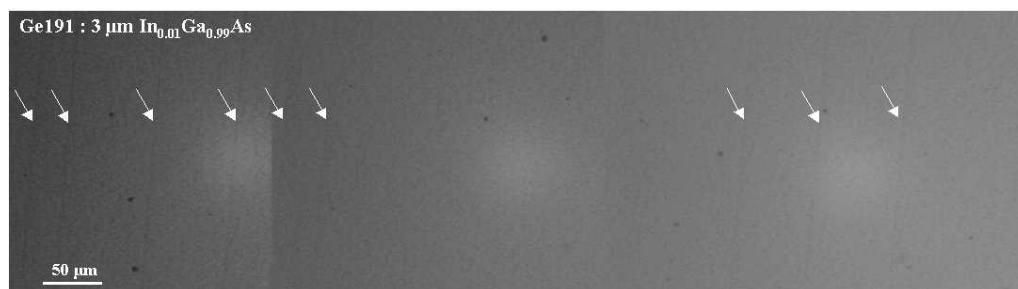
3) Diminution de la densité de fissures

Les fissures apparaissent lors de la descente en température, de la température de croissance à la température ambiante, du fait de la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaAs et le pseudo-substrat. Si l'on diminue cette déformation, le nombre de fissures devrait diminuer [12, 14]. Une façon d'y parvenir est d'introduire de l'indium dans la couche de GaAs.

Des couches de GaAs ont été épitaxiées sur pseudo-substrat de Ge/Si avec un faible pourcentage d'indium, ici $[\text{In}] = 1\%$. La densité de fissures sur ces échantillons ont été comparées à celles obtenues sur des couches de GaAs pur. La figure 4.28 (a) est une photo prise au microscope optique de la surface d'un échantillon avec une couche de $3 \mu\text{m}$ de GaAs. Les fissures sont pointées par des flèches. Cette image est à comparer avec la couche de même épaisseur, mais avec 1% d'In (figure 4.28 (b)). On voit clairement que le nombre de fissures est plus faible quand la couche est composée d' $\text{In}_{0,01}\text{Ga}_{0,99}\text{As}$.



(a)



(b)

FIG. 4.28: Effet de l'incorporation d'indium sur la densité de fissures : (a) surface d'une couche de $3 \mu\text{m}$ de GaAs, (b) surface d'une couche de $3 \mu\text{m}$ d' $\text{In}_{0,01}\text{Ga}_{0,99}\text{As}$. Les fissures sont pointées par les flèches (microscope optique).

Le graphe de la figure 4.29 représente l'évolution de la densité de fissures dans des couches de GaAs et d' $\text{In}_{0,01}\text{Ga}_{0,99}\text{As}$ pour trois épaisseurs différentes.

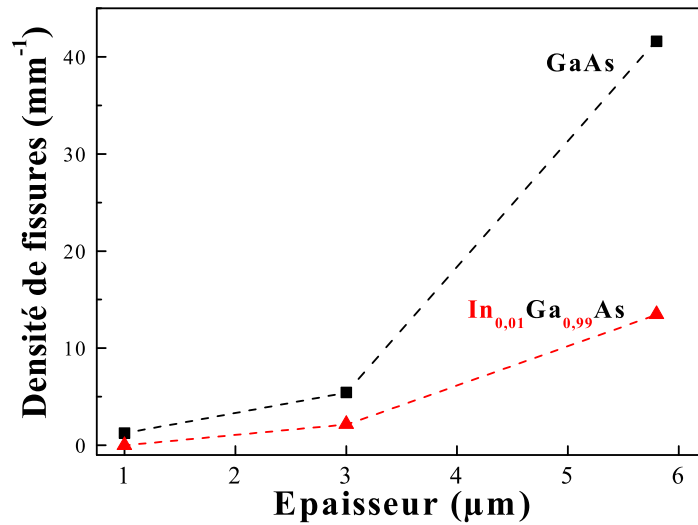


FIG. 4.29: Evolution de la densité de fissures en fonction de l'épaisseur, pour une couche de GaAs et d' $\text{In}_{0,01}\text{Ga}_{0,99}\text{As}$. L'incorporation d'indium diminue la densité de fissures.

Plus l'épaisseur de la couche augmente, plus la densité de fissures augmente. Entre les deux types de matériau, pour une même épaisseur, la couche avec 1 % d'In présente une densité plus faible. Ainsi, pour l'épaisseur des structures laser, 6 μm , la densité de fissures est réduite d'un facteur 3. La distance moyenne entre fissures est alors de 75 μm .

Remarque : Les points expérimentaux du graphe de la figure 4.29 ont été obtenus sur des couches de GaAs épitaxiées sur PS de Ge/Si. Il est intéressant ici de revenir sur les deux types de pseudo-substrats que nous utilisons. Le PS de Ge/Si est constitué d'une fine couche de Ge de 1 à 2 μm d'épaisseur. Le PS graduel de Ge/SiGe/Si désorienté est plus épais : l'épaisseur cumulée de la couche graduelle de SiGe et de Ge pur représente environ 10 μm . L'épaisseur en abscisse dans le graphe est l'épaisseur de la couche de GaAs. Il aurait été plus correct de mettre l'épaisseur cumulée de la couche de Ge et de GaAs. En effet, le Ge et le GaAs ont le même coefficient de dilatation thermique et le même paramètre de maille. La déformation due à la différence de coefficients de dilatation thermique s'appliquera sur la couche constituée par le Ge et le GaAs. Ainsi, sur le graphique, pour être plus rigoureux, il faudrait ajouter 1 μm (épaisseur de la couche de Ge pur) aux valeurs de l'épaisseur en abscisse. En ce qui concerne le PS graduel de Ge/SiGe/Si, étant donné que l'épaisseur de la couche initiale au-dessus du silicium fait plusieurs microns, pour une même épaisseur de GaAs épitaxié, il y aura plus de fissures sur le PS graduel que sur le PS de Ge/Si. L'intérêt d'utiliser des couches tampon fines apparaît ici.

Deux effets peuvent être à l'origine de cette diminution de la densité de fissures.

- La figure 4.30 montre l'évolution avec la température des coefficients de dilatation thermique du GaAs, de l'InAs, et du Si. Comme nous l'avons signalé à plusieurs

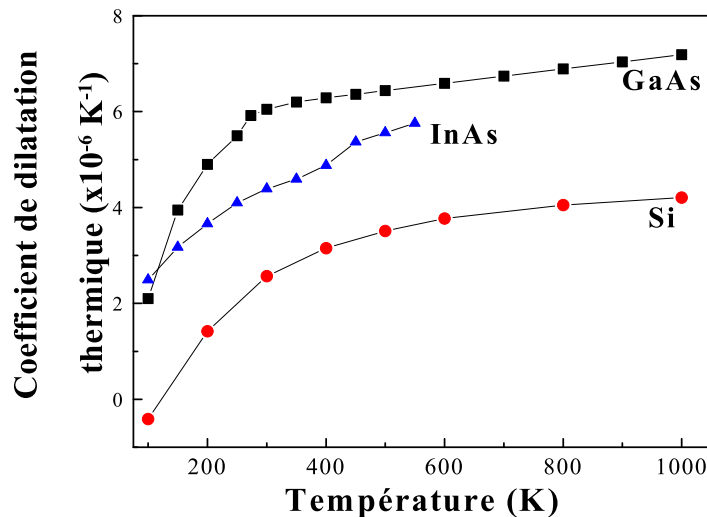


FIG. 4.30: Evolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température pour le GaAs, l'InAs et Si.

reprises, le coefficient de dilatation thermique du GaAs est supérieur à celui du silicium. Le coefficient de l'InAs est inférieur à celui du GaAs. Ainsi, en formant un alliage $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, le matériau résultant aura un coefficient intermédiaire (en supposant que la loi de Vegard est applicable).

$$\alpha_{\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}} = x\alpha_{\text{InAs}} + (1-x)\alpha_{\text{GaAs}} \leq \alpha_{\text{GaAs}}$$

Le différence entre les coefficients de dilatation thermique de l'InGaAs et du silicium est plus faible et la déformation de la couche après la descente en température devrait être réduite. Toutefois, le faible pourcentage d'indium introduit (1%) ne modifie pratiquement pas le coefficient de dilatation thermique de la couche de GaAs.

- L'InGaAs a un plus grand paramètre de maille que le GaAs. En introduisant de l'indium dans la couche de GaAs, on l'a contraint en compression. Cette contrainte en compression compense en partie l'effet de la déformation en tension due à la descente en température [15]. La déformation totale de la couche d'InGaAs est finalement inférieure à celle d'une couche de GaAs pur.

La distance moyenne entre fissures peut être augmentée en incorporant de l'indium dans la couche de GaAs. Ainsi, par un positionnement et une orientation des rubans de telle sorte qu'ils soient

parallèles aux fissures, on peut espérer réaliser des diodes présentant des performances améliorées.

Une structure laser a été épitaxiée sur pseudo-substrat désorienté avec 1 % d'indium dans les couches de GaAs et d'AlGaAs, excepté dans le guide de GaAs. D'après la remarque précédente sur l'intérêt des couches tampon fines, nous avons utilisé un PS constitué d'une couche de Ge pur de $1,5 \mu\text{m}$ sur un substrat de silicium désorienté de 6° . La rugosité de ce PS est faible ($\sigma_{rms} = 0,7 \text{ nm}$). La densité de dislocations émergentes, par contre, est plus élevée que pour le pseudo-substrat graduel, et est de l'ordre de quelques 10^8 cm^{-2} . Les rubans de contact ont été positionnés de façon à ce que les fissures soient parallèles à la cavité, pour avoir au final des diodes sans fissure.

Les étapes technologiques sont celles décrites précédemment. Une fois clivées, les diodes ont été étudiées. L'effet laser, à une longueur d'onde de 910 nm , a été observé sur plusieurs diodes ce qui nous a permis de déterminer le courant de seuil J_∞ , le rendement quantique interne η_i , et les pertes α_p de la cavité.

Le graphe de la figure 4.31 représente la courbe P(I) en régime pulsé. Pour une longueur de la cavité voisine de celle des deux exemples sur substrat de Ge pur et PS graduel de Ge/SiGe/Si ($L \sim 860 \mu\text{m}$), le rendement quantique externe est de 13 %, soit 5 fois plus que dans le premier essai de diode laser.

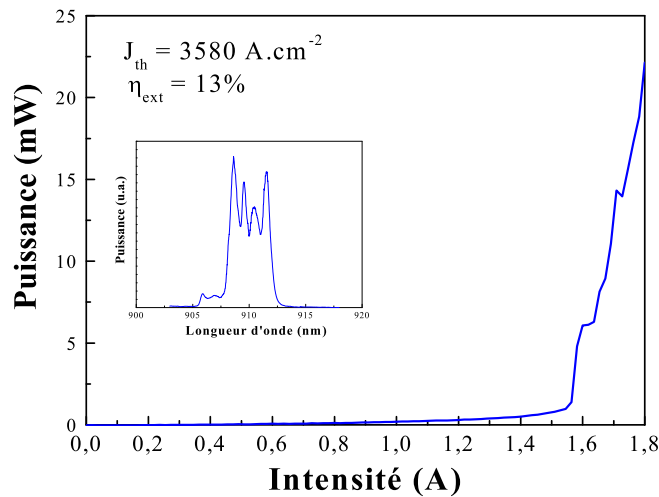


FIG. 4.31: Courbe P(I) pour une diode de longueur $860 \mu\text{m}$ sur PS de Ge/Si désorienté de 6° , avec 1 % d'In (température ambiante). L'encart représente le spectre d'émission de la diode.

Le graphe de la figure 4.32 (a) représente l'évolution du courant de seuil en fonction de $1/L$. On en déduit $J_\infty = 3310 \text{ A.cm}^{-2}$. Du graphe 4.32 (b), on tire une estimation du rendement quantique interne, $\eta_i = 14 \%$, et des pertes de la cavité, $\alpha_p = 7 \text{ cm}^{-1}$.

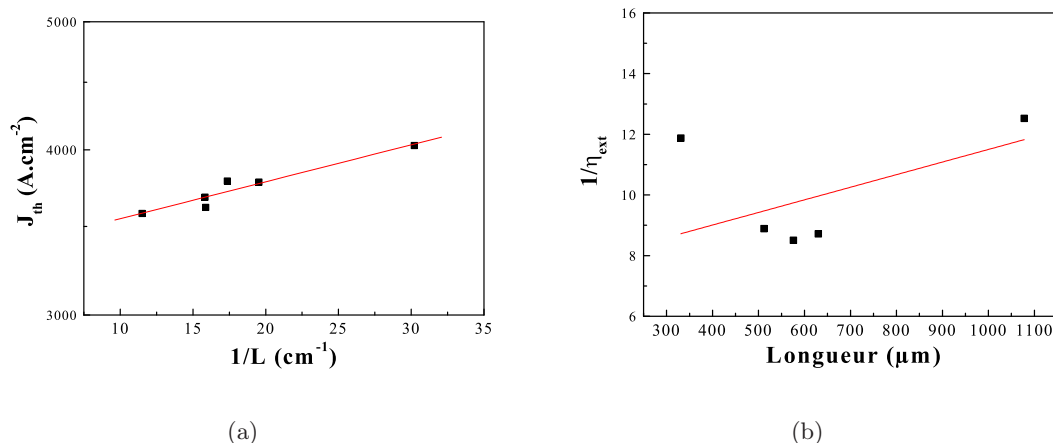


FIG. 4.32: Caractéristiques des diodes laser sur pseudo-substrat de Ge/Si désorienté : densité de courant de seuil J_{th} en fonction de $1/L$ (a), et inverse du rendement quantique externe η_{ext} en fonction de L (b).

Rappelons que cette structure a été épitaxiée au moment du problème de pollution du bâti. La densité de courant de seuil de 3,3 kA.cm⁻², malgré la pollution, est nettement inférieure à celle de la première génération de diodes laser sur PS graduel de Ge/SiGe/Si qui était de l'ordre de 40 kA.cm⁻² (en tenant compte de la cavité optique réelle). Le rendement quantique interne sur PS de Ge/Si désorienté est maintenant comparable à celui sur Ge pur. Ceci confirme l'effet néfaste des fissures dans la structure laser.

En introduisant de l'indium dans la structure de la diode laser, la densité de fissures a pu être suffisamment réduite pour permettre de réaliser des diodes sans fissure à l'intérieur de la cavité. Cela a permis d'observer l'effet laser sur un grand nombre de diodes, et pour une longueur de cavité comparable, d'augmenter d'un facteur 5 le rendement quantique externe, qui est maintenant le même que sur substrat de Ge pur.

4.1.5 Conclusion sur les dispositifs à base de puits quantiques

Dans cette section, nous avons étudié les caractéristiques (densité de courant de seuil, rendement) de diodes laser à base d'un puits contraint d'InGaAs/GaAs, et à émission par la tranche. Les diodes sur substrat de Ge pur désorienté ont présenté l'effet laser avec une densité de courant de seuil supérieure (500 A.cm⁻²) et un rendement quantique interne inférieur (11 %) à la même structure sur substrat de GaAs (100 A.cm⁻² et 40 % respectivement). Sur pseudo-substrat de Ge/SiGe/Si désorienté, la présence de fissures dans le matériau est responsable du faible nombre de diodes qui ont présenté l'effet laser. Une densité de courant de seuil sur ce type de pseudo-substrat de l'ordre de 40

kA.cm^{-2} a été observée. Sur pseudo-substrat de Ge/Si exactement orienté selon le plan (001), la présence simultanée de fissures et de parois d'inversion résulte en un faible signal d'électroluminescence. Par réflectométrie à faible cohérence, nous avons déterminé que les fissures réfléchissent la lumière, et qu'elles perturbent ainsi la propagation de la lumière dans la cavité optique (la longueur de cavité optique effective est définie par la distance entre fissures). Pour s'affranchir de ce problème, nous avons introduit un faible pourcentage d'indium (1 %) dans la structure (hormis dans le guide) pour compenser la déformation en tension due à la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaAs et le pseudo-substrat. Nous avons ainsi diminué la densité de fissures dans nos structures laser d'un facteur 3, et observé la diminution de la densité de courant de seuil et un rendement quantique interne égal à celui de la même structure sur substrat de Ge pur.

4.2 Diode à émission par la surface Zone active : boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs

Les boîtes quantiques comme matériau actif permettent d'atteindre de grandes longueurs d'onde ($1,3 \mu\text{m}$), utiles pour les télécommunications optiques (minimum d'absorption des fibres optiques) et présentant l'avantage de ne pas être absorbées par le silicium (applications dans les interconnexions optiques au travers d'un substrat de Si). De plus, comme nous l'avons vu au chapitre 3, les boîtes quantiques sont moins sensibles aux parois d'inversion que les puits quantiques.

Le dispositif à base de boîtes quantiques que nous avons réalisé est une diode électroluminescente à cavité résonnante à émission par la surface (RCLED). Ce choix a été motivé par deux raisons. La première est que de tels dispositifs sont plus petits (avec des dimensions latérales de l'ordre de quelques dizaines de microns) que des diodes à émission par la tranche et qu'ainsi les fissures, avec des densités de 5 mm^{-1} (pour une épaisseur épitaxiée de $3 \mu\text{m}$), n'en gêneront pas le fonctionnement. La configuration verticale permet en outre d'interconnecter facilement plusieurs niveaux d'une architecture CMOS (*Complementary Metal Oxide Semiconductor*), et facilite la réalisation de matrices d'émetteurs [16]. Nous nous sommes ainsi intéressés à la réalisation d'une diode électroluminescente à émission par la surface à base de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs.

Cette section est dédiée à l'étude d'une diode à cavité résonnante à émission par la surface, et à base de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs. Nous décrirons tout d'abord le principe de fonctionnement des diodes à cavité résonnante à émission par la surface, puis nous décrirons la structure et les étapes technologiques de la réalisation du dispositif. Enfin, nous étudierons les caractéristiques de la diode à émission par la surface.

4.2.1 Principe de fonctionnement

Dans une diode résonnante, la zone active est placée dans une cavité optique dont la longueur optique vaut quelques demi-longueurs d'onde [17]. Cette cavité optique est délimitée par deux miroirs avec pour l'un une réflectivité R_1 élevée et pour l'autre une réflectivité R_2 plus faible. Les miroirs peuvent être métalliques, interférentiels (miroir de Bragg), ou simplement formés par l'interface semiconducteur-air.

Comparées aux diodes conventionnelles à émission par la surface, l'émission de la lumière n'est plus isotrope. Du fait de la présence du miroir inférieur de haute réflectivité, la lumière sort préférentiellement par le côté de plus faible réflectivité [17, 18]. L'augmentation du rendement de la diode peut ainsi aller jusqu'à un facteur 2.

Le second avantage des RCLED comparées aux diodes conventionnelles est le spectre d'émission. La largeur à mi-hauteur du pic d'électroluminescence pour les diodes à cavité résonnante est fixée par la cavité optique, étant donné que l'émission se fait uniquement dans le ou les modes de la cavité.

Dans les domaines qui nous intéressent, ie dans le cadre de l'intégration monolithique d'émetteurs de lumière sur silicium pour les interconnexions optiques, quelques résultats peuvent servir de référence. Hunt [19] a démontré l'intérêt de la cavité résonnante pour diminuer la largeur spectrale de l'émission, sur une diode à base de puits quantiques sur InP. Encore sur InP, Depreter [20] a obtenu récemment un rendement quantique externe de 9% pour une diode à base de puits quantiques d' $\text{InGa}_{0,12}\text{As}_{0,56}\text{P}/\text{InP}$ émettant à $1,3 \mu\text{m}$ avec un miroir métallique et un miroir de Bragg. Concernant l'intégration sur silicium, Carlin [21] obtient une émission à 960 nm pour une structure à puits quantique d' $\text{In}_{0,16}\text{Ga}_{0,84}\text{As}/\text{GaAs}$ entre deux miroirs de Bragg épitaxiée sur silicium via une couche tampon de GaAs obtenue par épitaxie latérale. Le rendement quantique externe observé est de 1%. En 2000, Maximov *et al* [22] réalisent une diode à cavité résonnante à base de boîtes quantiques d' $\text{InGaAs}/\text{GaAs}$, sur substrat de Si désorienté, émettant à $1,3 \mu\text{m}$ avec un rendement de 10 %. Les deux miroirs sont des miroirs de Bragg.

Dans notre cas, la cavité de longueur 2λ va être formée par un miroir de Bragg ($R_1 \sim 0,9$) et par une interface semiconducteur-air ($R_2 \sim 0,3$), et la zone active sera constituée de boîtes quantiques d' $\text{In}(\text{Ga})\text{As}/\text{GaAs}$. Dans le paragraphe suivant, une description des miroirs de Bragg est faite.

Un miroir de Bragg est un empilement périodique d'alternances de couches de matériaux présentant deux indices de réfraction différents. Ce type de miroir, dit interférentiel, permet d'obtenir de fortes réflectivités.

Pour une série de N couches d'un empilement alternant deux milieux 1 et 2, la matrice de propagation S_N qui relie les champs électriques des milieux extrêmes s'écrit [1] :

$$E_1 = S_{1,N}E_N$$

où

$$S_N = P_{12}D_2P_{21}D_1 \dots D_1P_{12}$$

avec

$P_{i-1,i}$ la matrice de passage du milieu $i-1$ au milieu i , définie par

$$P_{i-1,i} = \frac{1}{\tau_{i-1,i}} \begin{pmatrix} 1 & \rho_{i-1,i} \\ \rho_{i-1,i} & 1 \end{pmatrix}$$

où

$\tau_{i-1,i}$ est le coefficient de transmission du milieu $i-1$ vers i

$\rho_{i-1,i}$ est le coefficient de réflectivité de l'onde du milieu $i-1$ sur le milieu i

D_i la matrice de déphasage dans la couche i , définie par

$$D_i = \begin{pmatrix} e^{-i\phi_i} & 0 \\ 0 & e^{+i\phi_i} \end{pmatrix}$$

avec

$\phi_i = \frac{2\pi n_i l_i}{\lambda_0}$ le déphasage de l'onde dans la couche i d'épaisseur l_i

Dans le cas où les épaisseurs des couches sont du type quart d'onde – c'est-à-dire qu'elles vérifient $\phi_1 = \phi_2 = \frac{\pi}{2}$, ie $l_i = \frac{\lambda_0}{4n_i}$ – la réflectivité de l'empilement est maximale pour la longueur d'onde λ_0 .

On détermine la réflectance de l'empilement R_N par :

$$R_N = \left| \frac{S_N(1,2)}{S_N(2,2)} \right|^2$$

Il est alors possible de représenter la réflectance d'un empilement en fonction de la longueur d'onde.

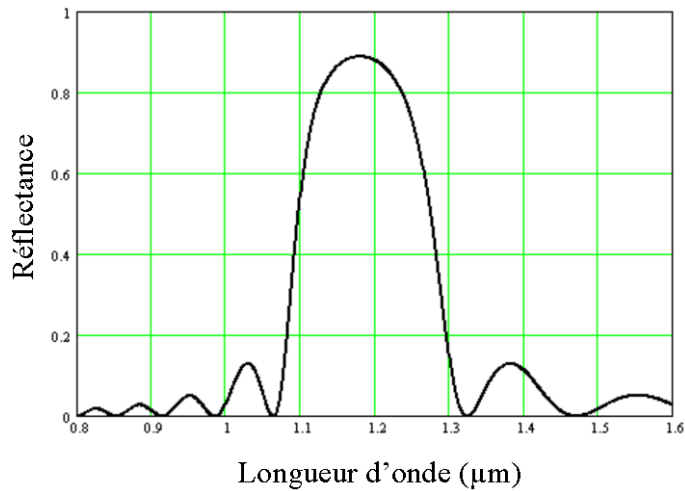


FIG. 4.33: Réflectance d'un miroir de Bragg de 10 paires d' $Al_{0,86}Ga_{0,14}As/GaAs$ centré autour de $\lambda_0 = 1,18 \mu m$, pour des couches quart d'onde.

Le graphe de la figure 4.33, montre la réflectance de l'empilement utilisé dans notre diode en fonction de la longueur d'onde. Il s'agit de 10 paires d' $\text{Al}_{0,86}\text{Ga}_{0,14}\text{As}/\text{GaAs}$. Le plateau de réflectivité du miroir est centré autour de $\lambda_0 = 1,18 \mu\text{m}$. Les couches sont du type quart d'onde, les épaisseurs sont donc $e_{\text{GaAs}} = 86 \text{ nm}$ et $e_{\text{Al}_{0,86}\text{Ga}_{0,14}\text{As}} = 100 \text{ nm}$, avec $n_{\text{GaAs}}(\lambda_0) = 3,43$ et $n_{\text{Al}_{0,86}\text{Ga}_{0,14}\text{As}}(\lambda_0) = 2,90$. On constate que le maximum de réflectivité est pour la longueur d'onde $\lambda_0 = 1,18 \mu\text{m}$.

4.2.2 Description de la structure et étapes technologiques

La structure de la diode résonnante est décrite sur le schéma de la figure 4.34. Le début de croissance est constitué par une étape d'ALE à $T_{\text{ALE}} = 490^\circ\text{C}$, avec 20 cycles et un temps de triméthylgallium t_{Ga} par cycle de 0,04 min pour un flux de 20 sccm. Le temps d'arsine est 0,10 min. Après l'ALE, une couche de 60 nm GaAs basse température, ie à 490°C , est épitaxiée. Suit une montée à haute température (650°C), et la structure de la diode résonnante commence. Une couche de GaAs de 514,9 nm, dopée n par du silicium, est épitaxiée. Ensuite, 10 paires de $\text{Al}_{0,86}\text{Ga}_{0,14}\text{As}/\text{GaAs}$ avec des épaisseurs de 98,4 nm et 85,8 nm dopées n constituent le miroir de Bragg. Après une couche de 98,4 nm de $\text{Al}_{0,86}\text{Ga}_{0,14}\text{As}$ dopée n, se trouve la zone active constituée par une couche non dopée de GaAs contenant les boîtes quantiques d' $\text{In}(\text{Ga})\text{As}/\text{GaAs}$. La couche a une épaisseur de 343,3 nm, soit l'équivalent d'une longueur d'onde puisque l'on vise 1180 nm et qu'à cette longueur d'onde l'indice du GaAs n_{GaAs} vaut 3,43. Une couche de 343,3 nm de GaAs, fortement dopée p par du zinc, est finalement épitaxiée.

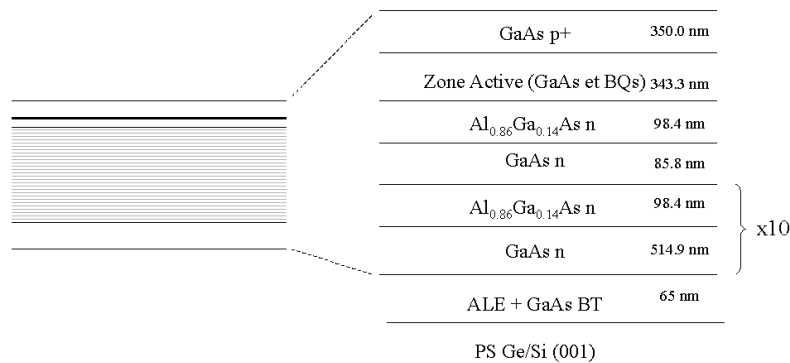


FIG. 4.34: Schéma de la structure de la diode résonnante.

La succession des étapes technologiques de réalisation de la diode est schématisée sur la figure 4.37. Nous allons les détailler.

Etape (a) : gravure du méso. On enduit la surface de l'échantillon de résine. Par photolithographie optique, on définit des motifs qui vont jouer le rôle de masque pour l'étape de gravure du méso. Les motifs de résine ont une forme de disque de diamètre variant de $88\ \mu\text{m}$ à $38\ \mu\text{m}$. Par gravure humide dans une solution de $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (dans le rapport 3/1/16), on grave une épaisseur de $2,8\ \mu\text{m}$. Le fond de gravure est dans la couche de GaAs dopé n. Par un nettoyage à l'acétone et rinçage à l'isopropanol, la résine est enlevée.



FIG. 4.35: Méso après gravure humide (MEB).

La figure 4.35 montre l'observation au MEB d'un méso. On remarque que les flancs ne sont pas verticaux : la solution utilisée révèle des plans cristallographiques. L'utilisation de la gravure ionique réactive RIE (*Reactive Ion Etching*) permettrait de s'affranchir de ce phénomène.

Etape (b) : dépôt de nitrure. Une couche de diélectrique, ici du nitrure de silicium SiN_x , de $800\ \text{nm}$ est déposée par PECVD.

Etape (c) : ouverture dans le nitrure. On dépose de la résine épaisse sur l'échantillon, afin que les mésas soient totalement recouverts, et on définit des ouvertures dans la résine. Par gravure RIE, on crée une ouverture dans le nitrure. Cette ouverture sera la fenêtre de sortie de la lumière.

Etapes (d) et (e) : définition du contact P. La résine restante est enlevée par de

l'acétone et de l'isopropanol. Une nouvelle étape d'enrésinement et de photolithographie définit des disques de résine centrés sur les mésas. On dépose 30 nm de titane et 200 nm d'or pour le contact P. On réalise un *lift-off*, et toute la surface de l'échantillon est recouverte de métal sauf au centre des mésas.

Étapes (f) et (g) : gravure du contact N. On enrésine avec de la résine épaisse, et par photolithographie on définit des motifs carrés qui sont centrés autour des mésas. Par gravure ionique IBE (*Ion Beam Etching*), on grave le métal Ti/Au, et par RIE on grave le nitrure. Par une rapide gravure humide avec la solution de $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$, on grave très légèrement le GaAs pour avoir une surface lisse. On dépose par évaporation sous vide les métaux pour le contact N : Ni/Ge/Au/Ni/Au avec les épaisseurs respectives 10 nm/60 nm/120 nm/20 nm/200 nm. L'épaisseur du nitrure (étape (b)) a été choisie pour ne pas qu'il y ait de contact entre les deux dépôts métalliques ce qui aurait conduit à un court-circuit de la diode.

Étape (h) : recuit du contact N. On effectue un *lift-off*, et on recuit l'échantillon à 400°C pendant 30 s pour faire diffuser le contact N.

Les figures 4.36 (a) et (b) montrent une diode résonnante à émission par la surface. On distingue les deux contacts N et P.

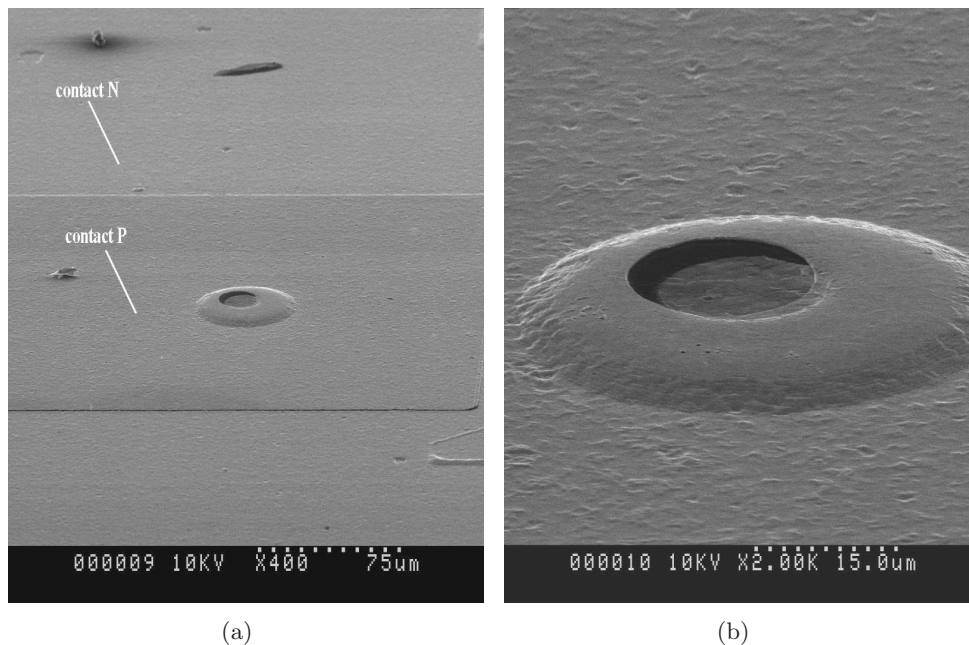


FIG. 4.36: Images MEB d'une diode résonnante à émission par la surface.

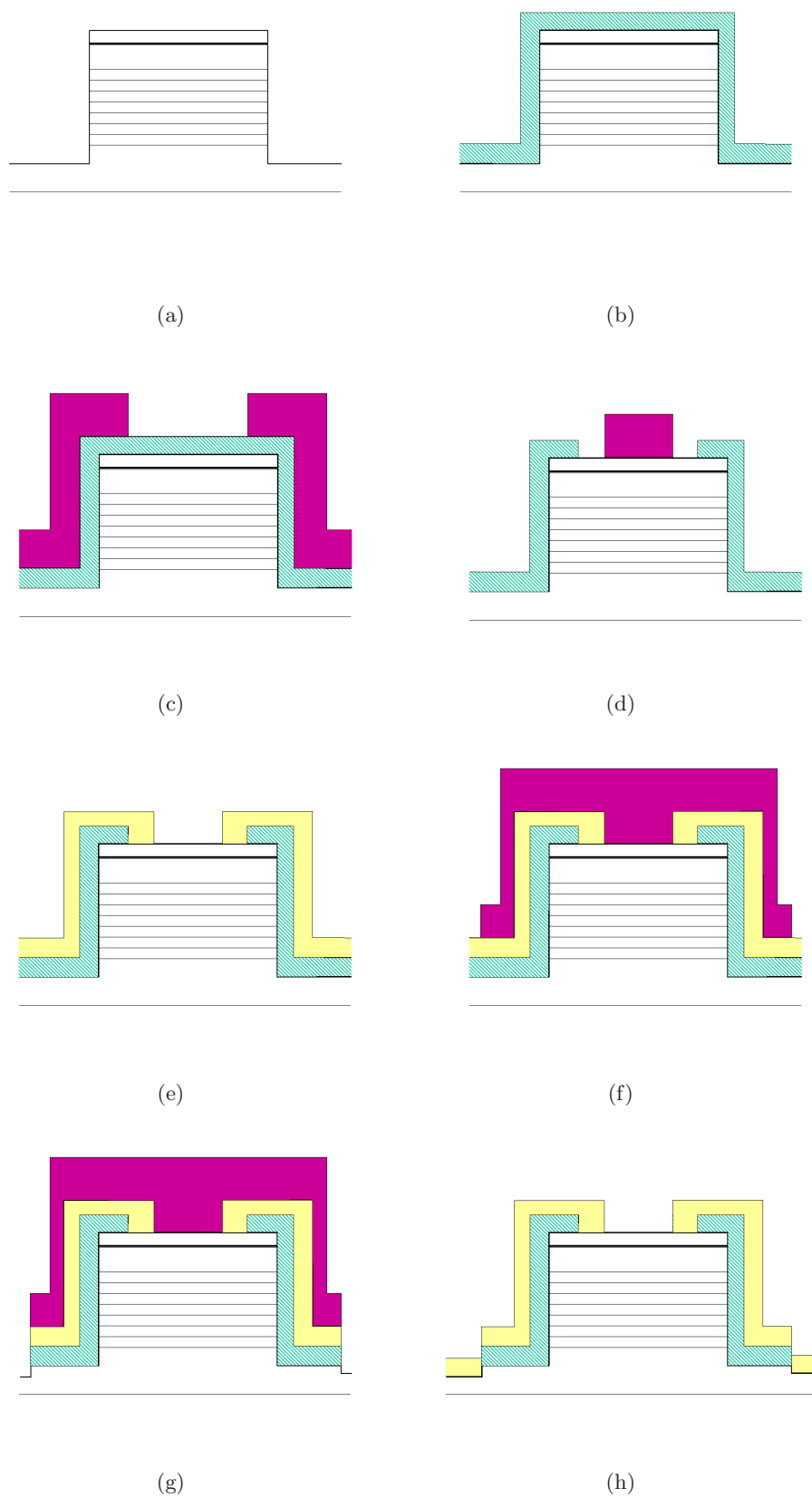


FIG. 4.37: Schématisation des étapes technologiques pour la réalisation de la diode résonnante à émission par la surface.

4.2.3 Etude des propriétés électriques et optiques de la diode

Dans cette partie, nous étudions les caractéristiques (résistance électrique, rendement externe) de la diode à émission par la surface.

1) Résistance électrique

Une fois les diodes réalisées, nous avons étudiées leurs caractéristiques électriques. Pour cela, nous avons tracé les courbes I(V) pour les différentes surfaces d'injection.

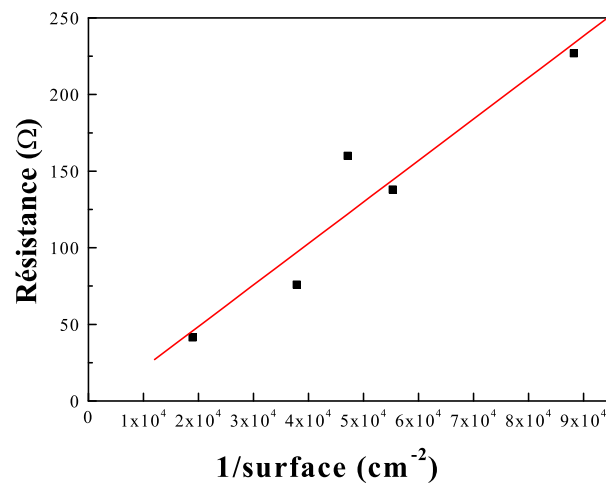


FIG. 4.38: Résistance de la diode en fonction de la surface.

Le graphe de la figure 4.38 représente la résistance de la structure en fonction de la surface, à une densité de courant J de 1 kA.cm^{-2} . Nous en déduisons une résistance spécifique de $3 \times 10^{-3} \text{ } \Omega.\text{cm}^2$ pour la structure de la diode. Cette valeur est essentiellement due à la résistance spécifique du miroir de Bragg, et nous pouvons estimer une résistance par paire $r_{\text{paire}} = 3 \times 10^{-4} \text{ } \Omega.\text{cm}^2$. Cette valeur est un peu plus forte que des valeurs obtenues sur substrat de GaAs (de l'ordre de $5 \times 10^{-5} \text{ } \Omega.\text{cm}^2$ par paire) [24, 25]. La plus forte résistivité peut provenir de la présence des parois d'inversion.

2) Propriétés optiques

a) Electroluminescence Le graphe de la figure 4.39 montre l'électroluminescence d'une diode résonnante en fonction de la longueur d'onde. Le spectre est pris sur une diode de $82 \text{ } \mu\text{m}$ de diamètre, sous une densité de courant continu J égale à 2 kA.cm^{-2} , et à température ambiante.

Le pic large centré autour de 900 nm avec un épaulement à 975 nm est attribué à

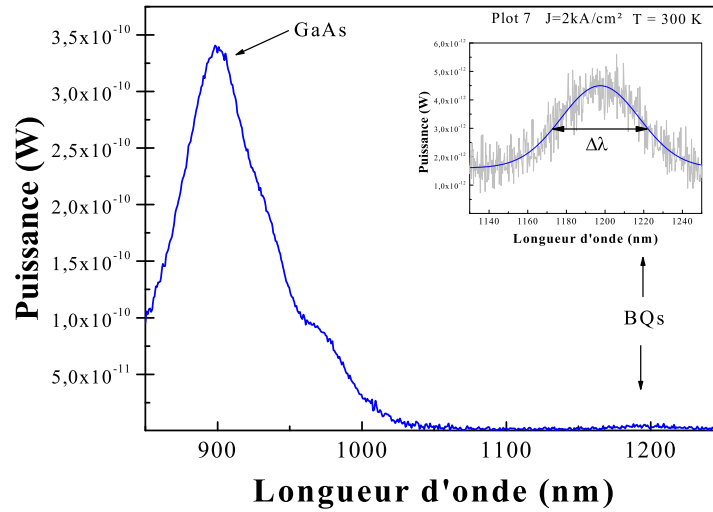


FIG. 4.39: Spectre d'électroluminescence de la diode résonnante Ge175 à température ambiante et sous une densité de courant $J = 2 \text{ kA.cm}^{-2}$ (résolution 10 nm).

l'électroluminescence du GaAs et de la couche de mouillage des boîtes quantiques. Autour de 1200 nm, on détecte un faible signal : l'électroluminescence des boîtes quantiques. L'encart montre un zoom de cet endroit de la courbe. Le signal correspondant aux boîtes quantiques est centré à 1195 nm.

Le facteur de qualité Q de la structure est donné par

$$Q = \frac{\lambda}{\Delta\lambda}$$

où

λ est la longueur d'onde

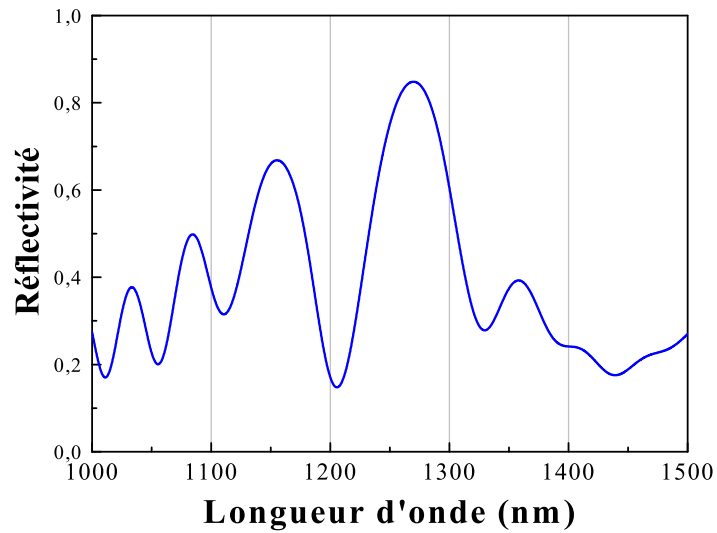
$\Delta\lambda$ est la largeur à mi-hauteur du pic d'électroluminescence.

Du graphe (figure 4.39), on tire $\Delta\lambda = 39 \text{ nm}$ pour $\lambda = 1195 \text{ nm}$. On en déduit le facteur de qualité $Q = 30$, qui est une valeur standard pour ce type de structure [22, 23].

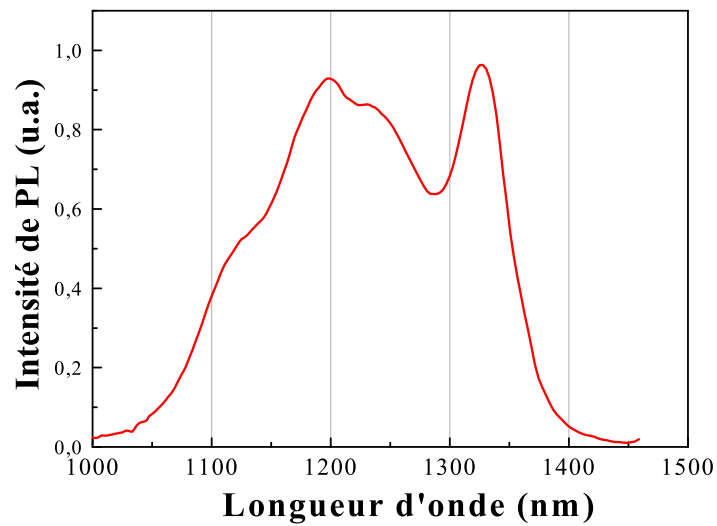
Sur le graphe de la figure 4.40 sont superposés le spectre de réflectivité de la structure résonnante et le spectre de photoluminescence des boîtes quantiques utilisées dans la zone active. Le spectre de photoluminescence a été réalisé sur une structure pour photoluminescence (épaisseur totale de la structure de 550 nm).

Le minimum de réflectivité de la structure est centré autour de 1200 nm, ce qui correspond à la longueur d'onde d'émission de deux premiers états excités des boîtes quantiques. Dans les boîtes quantiques, les niveaux excités ont un degré de dégénérescence plus grand que le niveau fondamental : ils peuvent accepter un plus grand nombre d'électrons. Dans notre structure, pour que l'intensité de l'électroluminescence ne soit pas limitée par la saturation du niveau des boîtes quantiques, nous avons choisi d'utiliser le signal

d'électroluminescence des états excités, et non du fondamental (le niveau fondamental sature plus vite que les états excités).



(a) Spectre de réflectivité



(b) Spectre de photoluminescence

FIG. 4.40: Spectre de réflectivité (a) de la diode résonnante et photoluminescence des boîtes quantiques d'une structure de référence (b).

b) **Rendement différentiel externe** La puissance par unité de surface émise par la diode est reliée à la densité de courant d'injection selon la relation

$$P = \eta_{ext} \frac{J}{q} h\nu \tag{4.2}$$

où

- J est la densité de courant
- q est la charge de l'électron
- η_{ext} est le rendement quantique externe
- h la constante de Planck
- ν est la fréquence des photons.

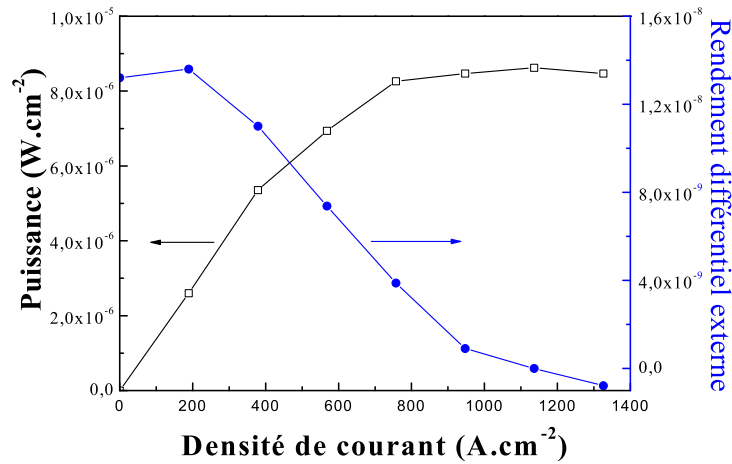


FIG. 4.41: Puissance intégrée par unité de surface d'émission et rendement quantique externe (diamètre d'injection 82 μm et diamètre d'émission 50 μm).

Nous avons mesuré la puissance émise par la diode en fonction du courant injecté. Une fibre optique reliée à un analyseur de spectre a permis de relever les spectres d'électroluminescence des BQ. Nous avons ensuite relevé la puissance intégrée par unité de surface d'émission pour chaque densité de courant.

Le graphe de la figure 4.41 donne la puissance et le rendement quantique externe η_{ext} en fonction de la densité de courant, pour une diode de diamètre d'injection 82 μm et diamètre d'émission 50 μm. Le maximum de η_{ext} est de $1,4 \times 10^{-6} \%$ ¹. Les pertes dues au couplage de la lumière émise par la diode dans la fibre optique sont en partie responsable de ce rendement faible. Il provient aussi probablement de la forte rugosité de la surface.

¹Encore une fois, nous rappelons que cet échantillon souffre du problème de pollution du bâti de croissance. Le dopage N de nos structures est involontairement compensé, ce qui limite l'injection du courant au niveau de la zone active.

En effet, l'étude des boîtes quantiques sur pseudo-substrat avait été réalisée sur des boîtes épitaxiées sur une couche de 500 nm de GaAs. La rugosité était de 3,9 nm. Dans la diode à cavité résonnante, les boîtes sont épitaxiées après le miroir de Bragg avec des couches en $\text{Al}_{0,86}\text{Ga}_{0,14}\text{As}$ qui a mené à une augmentation de la rugosité. La figure 4.42 est une image AFM de la surface de l'échantillon. La rugosité σ_{rms} est de 20 nm, ce qui est 5 fois plus élevé que pour l'échantillon de la structure pour photoluminescence ($\sigma_{rms} = 3,9$ nm).

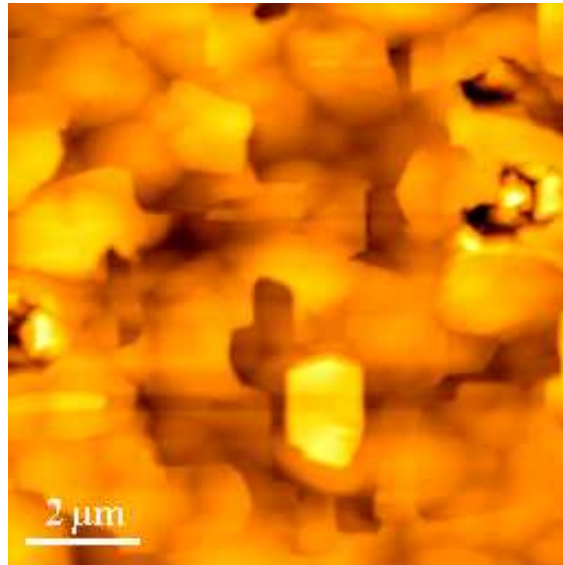


FIG. 4.42: Surface de l'échantillon avec structure résonnante (AFM). La surface présente une forte rugosité.

Les conditions de croissance des boîtes quantiques dans la diode résonnante étaient différentes. Comme nous l'avons dit dans la section 3.3.1 du chapitre 3, la nucléation des boîtes quantiques dépend de l'état du substrat (rugosité, contrainte). Une adaptation des conditions de croissance après le miroir de Bragg est à envisager pour augmenter le rendement de la diode résonnante.

L'utilisation d'une cavité plus fine (typiquement $\frac{\lambda}{2}$, au lieu de 2λ) permettrait de recueillir plus de puissance. Pour des épaisseurs de cavité trop grandes, de la puissance peut être perdue dans d'autres modes guidés [26].

Le graphe de la figure 4.43 montre l'évolution de la puissance en fonction de la surface d'injection. Pour une même densité de courant $J = 2 \text{ kA.cm}^{-2}$, la puissance émise a été relevée pour les différents diamètres de diodes. Si l'on s'intéresse à la puissance émise par unité de surface d'émission, c'est-à-dire que l'on corrige l'effet d'ombrage des contacts (le dépôt métallique ne laisse pas sortir la lumière, c'est le *contact shadowing*), on remarque que la puissance par unité de surface d'émission diminue avec l'augmentation de la surface d'injection. Cette évolution peut traduire une mauvaise conduction du courant dans la structure et/ou un échauffement de la structure plus important pour les grandes surfaces.

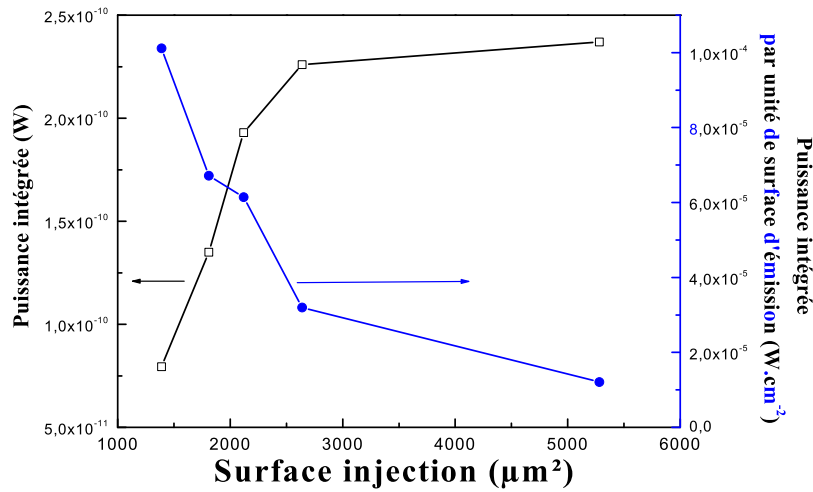


FIG. 4.43: Puissance émise en fonction de la surface pour un courant d'injection $J = 2 \text{ kA}\cdot\text{cm}^{-2}$.

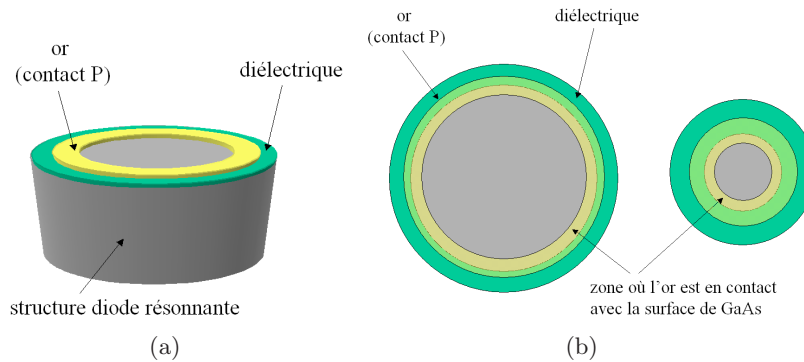


FIG. 4.44: Illustration du problème d'injection du courant dans la diode. Vue en perspective de la diode (a), et vue de dessus de la structure pour un grand et un petit diamètre (b).

La figure 4.44 montre un schéma de la diode. Les schémas 4.44 (b) représentent deux diodes, avec un grand et un petit diamètre d'injection, vues de dessus. La zone de contact entre l'or et le GaAs en surface est faible. C'est par cette zone de contact que le courant passe dans la structure. Le dopage zinc ($\sim 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) de la couche de GaAs en surface aurait dû permettre la conduction du courant sur toute la surface de la diode. D'après le graphe de la figure 4.43, pour les grands diamètres d'injection, la conduction du courant serait moins bonne que pour les petits diamètres. Sur le schéma de la figure 4.44 (b) représentant la diode de petit diamètre, on voit que la surface libre de GaAs est moins grande : même si la conduction n'est pas bonne dans la couche de GaAs en surface (à cause de la forte rugosité, par exemple) ou si les lignes de courant ne sont pas réparties sur toute la surface du méso, l'effet sera moins prononcé sur une diode de petit diamètre d'in-

jection. Sur les structures de grands diamètres, l'utilisation d'une couche plus épaisse de GaAs au-dessus de la zone active, permettrait de mieux répartir les lignes de courant [27]. Cependant dans notre cas, augmenter l'épaisseur totale de la structure conduirait à une rugosité plus forte. Une diminution de la rugosité de surface permettrait, d'une part de se rapprocher des BQ étudiées en photoluminescence, et d'autre part d'améliorer l'injection du courant dans la diode.

A cela s'ajoute l'échauffement de la structure. Pour une même densité de courant, l'échauffement est plus important pour les grandes surfaces. Si la température augmente trop, le gain va diminuer [25]. On observe un décalage du pic d'électroluminescence de 8 nm vers les grandes longueurs d'onde entre des diodes de diamètres d'injection de 48 et 82 μm . Ce décalage peut être relié à une augmentation de température d'environ 80 °C (typiquement le décalage est de 0,1 nm. $^{\circ}\text{C}^{-1}$). Ceci fixe une limite supérieure à la dimension de nos structures à émission par la surface.

4.2.4 Conclusion sur les dispositifs à base de boîtes quantiques

Une diode à émission par la surface à base de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs a été réalisée sur pseudo-substrat de Ge/Si (001). L'observation de l'électroluminescence à 1,2 μm est un résultat très encourageant pour la réalisation d'interconnexions optiques au travers d'un substrat de silicium (cette longueur d'onde de 1,2 μm n'est pas absorbée par le silicium). Le faible rendement observé ($\sim 10^{-6}$ %) résulte en partie de la compensation du dopage N des structures (due à la pollution du bâti), et en partie à la forte rugosité de la surface. En effet, la surface au moment de l'épitaxie des boîtes quantiques présente une rugosité 5 fois plus forte que pour l'échantillon pour la photoluminescence, sur lequel l'optimisation de la croissance des boîtes a été réalisée.

4.3 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons démontré la faisabilité de l'intégration monolithique d'émetteurs de lumière sur Si via une couche de Ge. L'électroluminescence d'une diode à émission par la tranche à base d'un puits quantique d'InGaAs/GaAs épitaxiée sur substrat de Ge/Si (001) est un résultat probant pour l'utilisation des pseudo-substrats et de l'épitaxie par couche atomique (même si la séquence de l'ALE utilisée pour nos diodes sur PS de Ge/Si (001) n'était pas celle conduisant à un matériau quasi monodomaine). Pour des diodes laser à émission par la tranche à base de puits quantique contraint d'InGaAs/GaAs, l'observation de l'effet laser, à température ambiante et en pulsé, à la longueur d'onde de 1 μm a été observée sur des pseudo-substrats graduel de Ge/SiGe/Si désorienté. Les performances des diodes ont été améliorées en supprimant les fissures de la cavité optique en incorporant 1 % d'indium dans le GaAs, pour compenser la déformation

en tension due à la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaAs et le pseudo-substrat. L'électroluminescence à $1,2 \mu\text{m}$ d'une diode à cavité résonnante à émission par la surface à base de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs a démontré la faisabilité d'émetteurs de lumière sur silicium aux longueurs d'onde voisines des longueurs d'onde télécoms et dont les dimensions latérales (de l'ordre de la dizaine de microns) permettent de s'affranchir de la présence de fissures dans le matériau.

Les fortes densités de courant de seuil de la seconde génération de laser sur pseudo-substrats de Ge/SiGe/Si désorienté et le faible rendement de la diode résonnante résultent vraisemblablement de la compensation involontaire du dopage N de nos structures, due à la pollution du bâti de croissance.

Bibliographie

- [1] E. Rosencher, B. Vinter
Optoélectronique
Edition Masson (1998)
- [2] G. Saint-Girons
Epitaxie en phase vapeur aux organométalliques et caractérisations structurales et optiques de boîtes quantiques d'In(Ga)As pour l'émission autour de 1,3 μm sur substrat de GaAs
Thèse de doctorat (2002)
- [3] E. Idiart-Alhor
Etude et optimisation de lasers semiconducteurs à puits quantiques dans le système InGaAs/InGaAlAs/InP pour télécommunications optiques
Thèse de doctorat, (1996)
- [4] A. Vapaille, R. Castagné
Dispositifs et circuits intégrés semiconducteurs, *Physique et technologie*
Dunod, 1987
- [5] C.J. Hepburn
Britney's Guide to Semiconductor Physics
<http://britneyspears.ac/lasers.htm>
- [6] T.C. Shen, G.B. Gao, H. Morkoç
Recent developments in ohmic contacts for III-V compound semiconductors
J. Vac. Sci. Technol B. **10** (5), p2113 (1992)
- [7] Y-C. Shih, M. Murakami, E.L. Wilkie, A.C. Callegari
Effects of interfacial microstructure on uniformity and thermal stability of AuNiGe ohmic contact to n-type GaAs
J. Appl. Phys. **62** (2), p582 (1987)
- [8] A. Georgakilas, G. Deligeorgis, E. Aperathitis, D. Cengher, Z. Hatzopoulos, M. Alexe, V. Dragoi, U. Gösele, E.D. Kyriakis-Bitaros, K. Minoglou, G. Halkias
Wafer-scale integration of GaAs optoelectronic devices with standard Si circuits using a low-temperature bonding procedure
Appl. Phys. Lett. **81** (27), p.5099 (2002)

- [9] M.E. Groenert, A.J. Pitura, R.J. Ram, E.A. Fitzgerald
Improved room-temperature continuous wave GaAs/AlGaAs and InGaAs/GaAs/AlGaAs lasers fabricated on Si substrates via relaxed graded $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ buffer layers
J. Vac. Sci. Technol. B **21** (3), p1064 (2003)
- [10] M.E. Groenert, C.W. Leitz, A.J. Pitura, V. Yang, H. Lee, R.J. Ram, E.A. Fitzgerald
Monolithic integration of room-temperature cw GaAs/AlGaAs lasers on Si substrates via relaxed graded GeSi buffer layers
J. Appl. Phys. **93** (1), p362 (2003)
- [11] H. Wang, A.A. Hopgood, G.I. Ng
Analysis of dark-line defect growth suppression in $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ strained heterostructures
J. Appl. Phys. **81** (7), p.3117 (1997)
- [12] R.T. Murray, C.J. Kiely, M. Hopkinson
General characteristics of crack arrays in epilayers grown under tensile strain
Semicond. Sci. Technol. **15**, p325 (2000)
- [13] R.T. Murray, C.J. Kiely, M. Hopkinson
Crack formation in III-V epilayers grown under tensile strain on InP (001) substrates
Phil. Mag. A **74** (2), p383 (1996)
- [14] V.K. Yang, M. Groenert, C.W. Leitz, A.J. Pitura, M.T. Currie, E.A. Fitzgerald
Crack formation in GaAs heteroepitaxial films on Si and SiGe virtual substrates
J. Appl. Phys. **93** (7), p3859 (2003)
- [15] Y. Takano, T. Kururi, K. Kuwahara, S. Fuke
Residual strain and threading dislocation density in InGaAs layers grown on Si substrates by metalorganic vapor-phase epitaxy
Appl. Phys. Lett. **78** (1), p93 (2001)
- [16] J.W. Goodman, F.I. Leonberger, S-Y. Kung, R.A. Athale
Optical interconnections for VLSI systems
Proc. IEEE **72** (7), p850 (1984)
- [17] E.F. Schubert, Y-H. Wang, L-W. Tu, G.J. Zydzik
Resonant cavity light-emitting diode
Appl. Phys. Lett. **60** (8), p921 (1992)
- [18] E.F. Schubert, N.E.J. Hunt, R. J. Malik, M. Micovic, D. L. Miller
Temperature and modulation characteristics of resonant-cavity light-emitting diodes
J. Lightwave Technol. **14** (7), p1721 (1996)
- [19] N.E.J. Hunt, E.F. Shcubert, R.A. Logan, G.J. Zydzik
Enhanced spectral power density and reduced linewidth at $1.3 \mu\text{m}$ in an InGaAsP quantum well resonant-cavity light-emitting diode
Appl. Phys. Lett. **61** (19), p2287 (1992)

- [20] B. Depreter, I. Moerman, R. Baets, P. Van Daele, P. Demeester
InP-based 1300 nm microcavity LEDs with 9 % quantum efficiency
Electron. Lett. **36** (15), p1303 (2000)
- [21] J.F. Carlin, P. Royo, M. Ilegems, B. Gérard, X. Marcadet, J. Nagle
High-efficiency top-emitting microcavity LEDs on GaAs and GaAs/Si substrates
J. Cryst. Growth **201-202**, p994 (1999)
- [22] M.V. Maximov, I.L. Krestnikov, Y.M. Shernyakov, A.E. Zhukov, N.A. Maleev, Y.G. Musikhin, V.M. Ustinov, Z.I. Alferov, A.Y. Chernyshov, N.N. Ledentsov, D. Bimberg, T. Maka, C.M. Sotomayor Torres
InGaAs-GaAs quantum dots for application in long wavelength (1,3 μm) resonant vertical cavity enhanced devices
J. Electr. Mat. **29** (5), p487 (2000)
- [23] V. Tasco, M.T. Todaro, M. De Vittorio, M. De Giorgio, R. Cingolani, A. Passaseo, J. Ratajczak, J.W. Katcki
Electrically injected InGaAs/GaAs quantum-dot microcavity light-emitting diode operating at 1,3 μm and grown by metalorganic chemical vapor deposition
Appl. Phys/ Lett. **84** (21), p4155 (2004)
- [24] J-P. Debray
Croissance par épitaxie en phase vapeur aux organométalliques de structures à cavités verticales pour télécommunications optiques
Thèse de doctorat, (1997)
- [25] T.E. Sale
Vertical cavity surface emitting lasers
Research studies press LTD, New York (1995)
- [26] J. Blondelle, H. De Neve, P. Demester, P. Van Daele, G. Borghs, R. Baets
6 % external quantum efficiency from InGaAs/(Al)GaAs single quantum well planar microcavity LEDs
Electron. Lett. **30** (21), p1787 (1994)
- [27] P. Modak, M. D'Hondt, I. Moerman, P. Van Daele, P. Mijlemans, P. Demeester
5,2 % efficiency InAlGaP micocavity LEDs at 640 nm on Ge substrates
Electron. Lett. **37** (6), p377 (2001)

Conclusion

Le but de ce travail de thèse était de réaliser des émetteurs de lumière à base de GaAs intégrés monolithiquement sur silicium, pour une application aux interconnexions optiques. Trois difficultés s’opposaient, depuis ces vingt dernières années, à la réalisation de composants sur silicium : le fort désaccord paramétrique, la différence de coefficients de dilatation thermique, et les caractères polaire/non polaire du GaAs et du Si. Au cours de ce manuscrit, nous avons proposé des solutions pour chacun de ces points.

L’utilisation d’une nouvelle génération de substrat, le pseudo-substrat de Ge/Si (001), constitué d’une couche de 1 à 2 μm de Ge monocristallin épitaxié sur un substrat de Si (001), a permis d’accommoder la différence de paramètres de maille entre GaAs et Si, et ainsi d’éviter les fortes densités de dislocations ($\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$) du GaAs directement épitaxié sur Si.

Les conditions standard de croissance à haute température par EPVOM n’aboutissaient pas à un matériau de bonne qualité (présence de trous en surface et de parois d’inversion). La formation des trous a été supprimée en faisant un départ de croissance à basse température, mais la plus faible longueur de diffusion des atomes en surface à conduit à une très forte augmentation de la densité de parois d’inversion. L’introduction d’un super-réseau en début de croissance et à basse température grâce à une nouvelle technique de croissance, l’épitaxie par couche atomique (ALE) – dans laquelle les gaz précurseurs sont envoyés non pas simultanément, mais alternativement vers le substrat –, nous a permis d’avoir une surface de faible rugosité ($\sigma_{rms} = 1,2 \text{ nm}$ pour une couche de 60 nm de GaAs), et aussi une réduction d’un facteur 5 de la densité de parois d’inversion par rapport au départ à basse température. Dans des conditions non optimisées, l’introduction de l’ALE en début de croissance a donné lieu à une augmentation d’un facteur 2 de l’intensité de photoluminescence d’un puits quantique de GaAs/AlGaAs épitaxié sur pseudo-substrat.

Pour dégager des conditions de croissance conduisant à un matériau avec le moins de défauts possible (dislocations, parois d’inversion, rugosité), nous avons mené une étude systématique des effets des paramètres de la séquence d’épitaxie par couche atomique. L’introduction du super-réseau conduit à une densité de dislocations émergentes 5 fois plus faible (10^6 cm^{-2}) que celle du pseudo-substrat de Ge/Si (001). Le nombre de cycles, cependant ne semble pas influencer sur la densité de dislocations, ni sur la densité de parois. La température T_{ALE} à laquelle le super-réseau est épitaxié a un effet sur la densité de parois, ainsi que sur la rugosité de la surface. Une plage de température entre 470 et

510°C résulte en une forte densité de parois, alors qu'à 450 et 530°C, la densité est plus faible. La réduction de la densité de parois a été attribuée à une morphologie de la surface après l'étape d'ALE en forme de « boules ». La forte augmentation de la rugosité due à des amas de gallium à 530°C fixe une limite supérieure à la température de l'ALE. Les études sur le flux et le temps du pulse de TMGa ont permis de déterminer des conditions pour que la rugosité de surface ne soit pas élevée. Enfin, l'effet de l'épaisseur de la couche de GaAs basse température sur la densité de parois d'inversion a permis d'apporter des éclaircissements sur les mécanismes de suppression des parois. Epitaxier du GaAs à haute température juste après le super-réseau, nous a permis d'obtenir du GaAs formé à 90% par une seule orientation de domaine.

La photoluminescence de puits quantiques d'InGaAs/GaAs et de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs a confirmé que les boîtes quantiques étaient à privilégier sur pseudo-substrats, car elles étaient moins sensibles à la densité de parois résiduelles, du fait du confinement des porteurs dans les trois dimensions (intensité de photoluminescence divisée par 3 contre 40 pour les puits quantiques). L'étude de l'intensité de photoluminescence en fonction de la température a fourni la base à une proposition de modélisation de l'action des parois d'inversion sur les porteurs dans le cas de boîtes quantiques. Il en ressort que les parois seraient des pièges peu profonds dont les effets diminueraient avec la température croissante.

Enfin, nous avons réalisé des dispositifs monolithiquement intégrés sur silicium. Avec une structure à base de puits quantique d'InGaAs/GaAs épitaxiée sur pseudo-substrat de Ge/Si (001), nous avons observé l'électroluminescence d'une diode à la longueur d'onde de 1 μm , à la température ambiante. Toujours sur le PS exactement orienté suivant le plan (001), une diode à émission par la surface à base de boîtes quantiques a été fabriquée, et a permis l'émission de lumière à la longueur d'onde de 1,2 μm .

Parallèlement, sur pseudo-substrat graduel de Ge/SiGe/Si désorienté de 6°, nous avons réalisé des diodes laser à base de puits quantique contraint d'InGaAs/GaAs émettant par la tranche. L'effet laser a été observé, à température ambiante et en injection électrique pulsée, à la longueur d'onde de 1 μm . Le faible rendement ($\eta_{ext} = 2\%$) de la diode laser était vraisemblablement dû à la présence de fissures qui traversaient la cavité optique. Pour réduire la densité de fissures dans le matériau, et ainsi améliorer les performances des dispositifs, nous avons proposé d'incorporer un faible pourcentage d'indium dans le GaAs. L'indium avait pour but de réduire la déformation de la couche de GaAs, et ainsi diminuer le nombre de fissures (diminution d'un facteur 3 de la densité de fissures pour l'épaisseur des structures laser). Nous avons ainsi pu réaliser des diodes sans fissures, émettant à 910 nm, qui ont montré un rendement quantique externe 5 fois plus grand ($\eta_{ext} = 13\%$) que celui de la première génération, et du même ordre que sur substrat de Ge pur ¹.

¹Un problème de pollution du bâti de croissance a cependant limité la performance de nos structures. En effet, les fortes densités de courant de seuil de la seconde génération de laser sur pseudo-substrats de Ge/SiGe/Si désorienté et le faible rendement de la diode résonnante résultent d'une compensation involontaire du dopage N de nos structures.

Perspectives

La réalisation de dispositifs monolithiquement intégrés sur silicium à base de GaAs pour l'émission de lumière a été démontrée que ce soit sur l'orientation (001), ou sur substrat désorienté. L'obtention de grandes longueurs d'onde (1,0 et 1,2 μm) est un pas vers les interconnexions optiques.

Toutefois, sur pseudo-substrat de Ge/Si (001), les rendements externes des diodes à émission par la tranche et à émission par la surface sont faibles. Pour que les dispositifs à base de GaAs monolithiquement intégrés sur Si (001) aient des performances comparables à celle sur substrat de GaAs, et ainsi pour que l'épitaxie sur PS de Ge/Si s'impose face aux techniques de report, il faut améliorer les performances des dispositifs. Tout d'abord, il faut s'affranchir du problème de pollution du bâti de croissance (nous avons vu que la densité de courant de seuil de diodes laser sur substrat de GaAs pouvait être augmentée d'un facteur 20). Mis à part ce problème de pollution, l'amélioration du rendement, dans le cas de la diode résonnante doit passer par une adaptation des conditions de croissance des boîtes quantiques et/ou une réduction de la rugosité de la surface. Cela permettrait d'obtenir des dispositifs émetteurs de lumière insensibles à la présence de fissures dans le GaAs (les dimensions latérales de l'ordre de la dizaine de microns sont inférieures à la distance moyenne entre fissures pour cette épaisseur de matériau épitaxié), et peu sensibles aux parois d'inversion.

Dans le cas du puits quantique, la présence de parois d'inversion, même avec une densité faible, empêche d'espérer des diodes à base de puits quantiques sur substrat (001). Il faudrait supprimer totalement les parois d'inversion tout en restant compatible avec la microélectronique. Une voie, très prometteuse, qui reste à explorer est la « fabrication » de la désorientation par gravure de la couche de Ge du pseudo-substrat de Ge/Si (001). Nous avons vu dans le manuscrit que la désorientation du substrat permettait d'empêcher la formation des parois. La réalisation de structures sur des substrats désorientés de quelques degrés présentant des bonnes performances (rendement quantique externe de l'ordre de la dizaine de pourcents) a été rapportée. Texturer la couche de Ge du pseudo-substrat de Ge/Si (001) de façon à avoir une surface faisant un angle de 6° par rapport au plan (001) conduirait à la suppression des parois d'inversion même sur un substrat initialement orienté suivant (001). L'utilisation combinée du pseudo-substrat de Ge/Si (001) et de la texturation de la surface permettrait de s'affranchir du désaccord paramétrique entre le GaAs et le silicium, donc de la forte densité de dislocations inhérentes au GaAs sur Si, et des parois d'inversion.

Des techniques de gravure utilisant les moyens de l'industrie de la microélectronique (lithographie optique et gravure humide ou RIE) ont été développées pour réaliser des structures pour la micromécanique et la micro-optique ¹. De telles méthodes pourraient, par exemple, être employées pour créer localement des plans inclinés de 6° par rapport à la surface, sur des dimensions de plusieurs centaines de μm^2 . Ainsi, tout en bénéficiant de l'avantage de la désorientation, la compatibilité avec les substrats de la microélectronique resterait totale.

La réalisation de couches de GaAs de bonnes qualités morphologiques (faible rugosité, absence de parois d'inversion) et optiques (observation de l'effet laser) sur pseudo-substrat de Ge/Si désorienté confirme la possibilité d'obtenir des cellules solaires à bas coût. Il est ainsi envisageable de fabriquer des cellules solaires à haut rendement (jusqu'à 20 %), à faible coût, sur de grandes surfaces (les substrats de silicium peuvent atteindre des diamètres de 300 mm), et présentant de bonnes propriétés mécaniques.

Dans le manuscrit, nous avons présenté un moyen de diminuer la densité de fissures provenant de la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaAs et le pseudo-substrat de Ge/Si. Ce moyen consiste à introduire un faible pourcentage d'indium (dans notre cas 1 %) dans le GaAs pour compenser la déformation en tension de la couche. Une façon supplémentaire de réduire le nombre de fissures, qui peut parfaitement être combinée à l'incorporation d'indium, est la fabrication de tranchée dans la couche de Ge du pseudo-substrat de Ge/Si. En gravant des tranchées espacées de quelques dizaines de microns, la relaxation de la déformation en tension se fera au niveau de la tranchée, limitant l'apparition de fissures dans le matériau entre deux tranchées.

¹T. Bourouina, T. Masuzawa, H. Fujita
The MEMSNAS Process : microloading effect for micromachining 3D structures of nearly all shapes
J. Microelec. Syst. **13** (2), p190 (2004).

Annexe A

Microscope à force atomique

Le principe du microscope à force atomique (*Atomic Force Microscope* AFM, ou *Scanning Force Microscope* SFM) est décrit à la figure A.1.

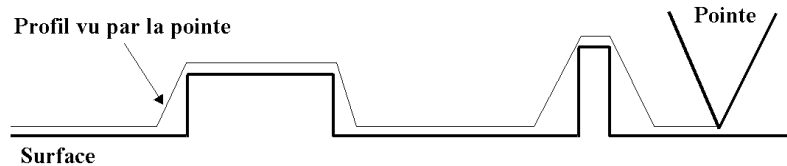


FIG. A.1: Principe du microscope à force atomique.

Une pointe se déplace à la surface de l'échantillon, et reproduit le relief. Dans le mode contact, qui est le mode utilisé pour réaliser nos images, la pointe est très proche de l'échantillon. A cette distance, les forces de van der Waals entre la pointe et la surface sont répulsives. La distance entre la pointe et l'échantillon est maintenue constante grâce à une régulation qui compare la déflexion du levier à une valeur de consigne.

Les pointes que nous avons utilisées sont en nitrure de silicium Si_3N_4 . Elles présentent un angle au sommet de 35° .

Remarque : une des difficultés de la microscopie en champ proche apparaît ici. L'image retranscrite peut être biaisée par la pointe. En effet, si l'objet à imager est plus « fin » que la pointe, on obtiendra l'image de la pointe et non l'image de l'objet. C'est le cas pour le relief de droite sur la figure A.1.

La figure A.2 représente un schéma du microscope à force atomique. L'échantillon est sur un porte-échantillon. La déflexion du levier est repérée grâce à un faisceau laser qui se réfléchit sur le levier, et est renvoyé sur un détecteur composé de deux photodiodes. La différence de signal A-B entre les photodiodes donne le sens de déplacement du levier. L'écart entre cette différence et la valeur de consigne donne le déplacement correctif à appliquer à l'échantillon. Ce déplacement se fait par un piézoélectrique. La distance pointe-échantillon, en fait la force exercée sur la pointe, est alors gardée égale à la valeur fixée par la force de consigne.

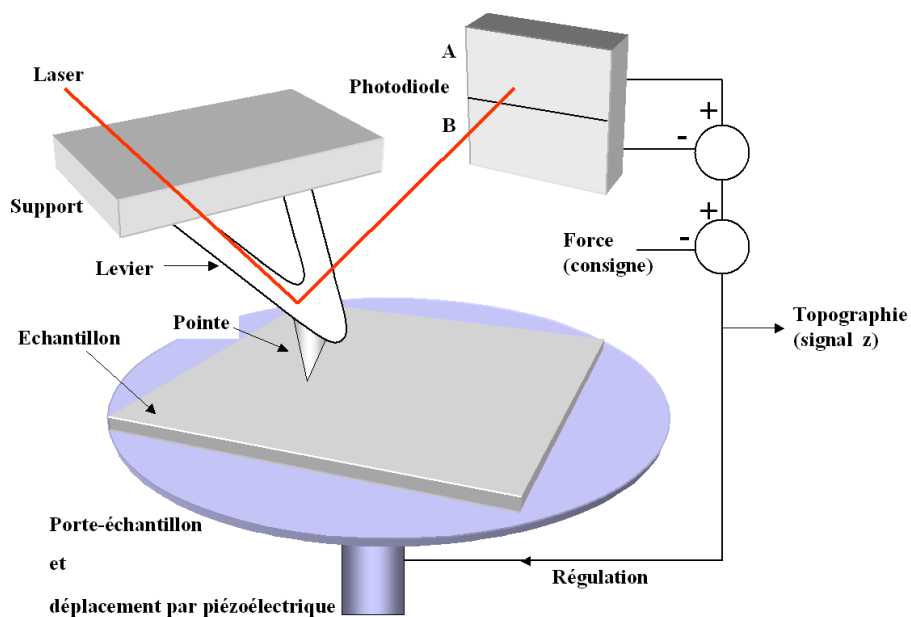


FIG. A.2: Schéma du microscope à force atomique.

Un exemple d'images obtenues par AFM est donné figure A.3. Les figures A.3 (a) et (b) représentent une surface de GaAs. Les différentes teintes correspondent à différentes hauteurs : le plus sombre correspond au plus bas et le plus clair au plus haut. Sur les deux

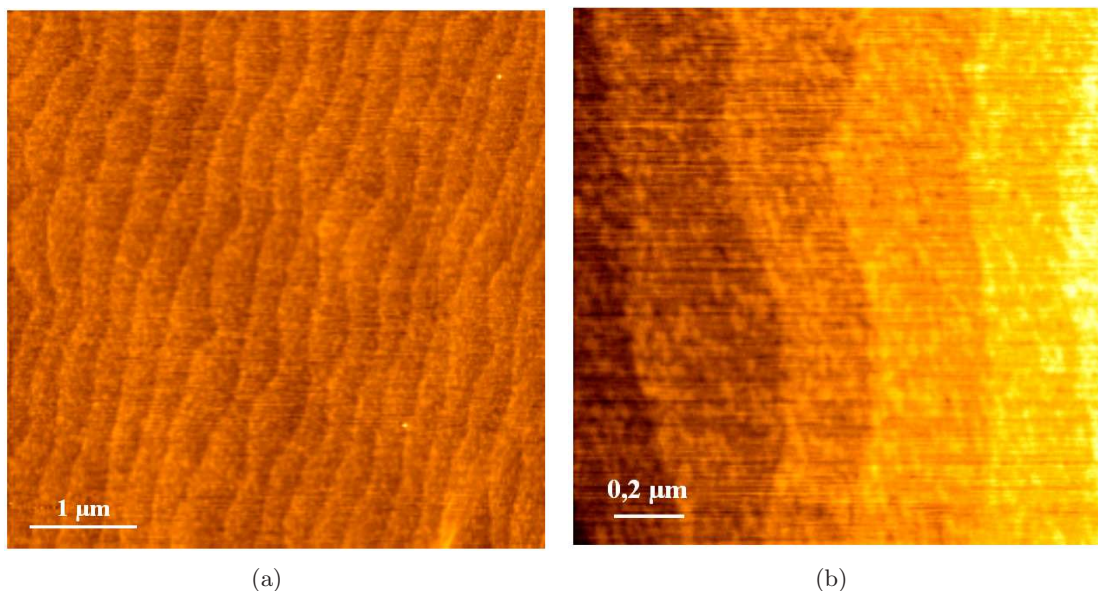


FIG. A.3: Exemple d'images réalisées par AFM. Surface d'un échantillon de GaAs.

images, on distingue les marches atomiques, qui sont des sauts d'une monocouche, ie la moitié du paramètre de maille du GaAs (soit 0,28 nm). La résolution en hauteur de l'AFM dépend du piézoélectrique utilisé. Typiquement, avec le matériel utilisé, on peut atteindre

une résolution de 0,01 nm.

Des images AFM, nous pouvons extraire une valeur caractéristique de la surface : la rugosité. La rugosité σ_{rms} est définie par :

$$\sigma_{rms} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (z_i - \bar{z})^2}{N}}$$

où

z_i est la hauteur du point i

\bar{z} est la valeur moyenne de la hauteur

N est le nombre de points de la coupe utilisés pour faire le calcul.

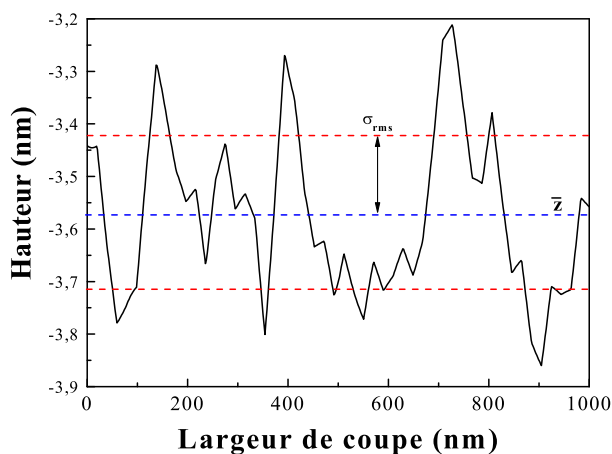


FIG. A.4: Coupe de l'image AFM de la figure A.3 (a).

La rugosité σ_{rms} (*Root Mean Square*, rms) représente en fait l'écart-type des valeurs de la hauteur. Le graphe de la figure A.4 montre une coupe de l'image de la figure A.3 (a). La valeur moyenne et l'écart-type sont représentés.

Les manipulations des images AFM ont été faites à l'aide du logiciel LecImage développé par Jean-Marie Moison.

Bibliographie

R. Wiesendanger

Scanning probe microscopy and spectroscopy, *methods and applications*

Cambridge University Press (1994)

H.Q. Li, D. Thomas

Atomic force microscopy

<http://www.chembio.uoguelph.ca/educmat/chm729/afm/firstpag.htm>

T.R. Albrecht, S. Akamine, T.E. Carver, C.F. Quate

Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope

J. Vac. Sci. Technol. A **8** (4), p3386 (1990)

Annexe B

Microscope électronique à balayage

L'outil le plus courant pour observer des objets de petites dimensions est le microscope optique. Cependant, il ne permet pas de distinguer des détails de dimensions inférieures à $0,2 \mu\text{m}$. En effet, la résolution R , limitée par la diffraction, est donnée par

$$R = \frac{1,22\lambda}{2ON}$$

où

λ est la longueur d'onde de la radiation

ON est l'ouverture numérique de l'objectif.

Pour observer des objets de dimensions de l'ordre du nanomètre, il faut utiliser un autre type de radiation. Dans le microscope électronique à balayage, la lumière a été remplacée par des électrons. Leurs plus faibles longueurs d'onde permettent d'atteindre une meilleure résolution (jusqu'à quelques nanomètres).

Nous ne décrivons que succinctement le principe de fonctionnement du microscope

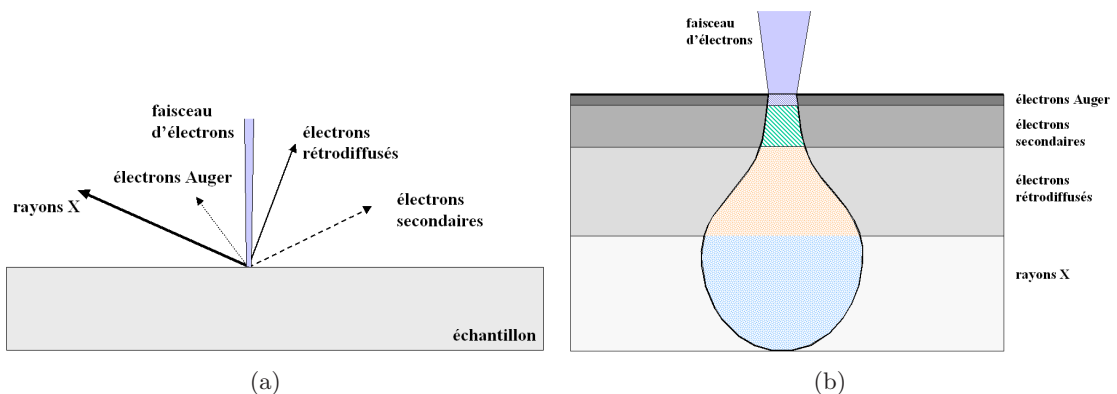


FIG. B.1: Représentation de l'interaction entre un faisceau incident d'électrons avec la matière : (a) différents types de radiations émises, et (b) poire d'interaction des électrons incidents avec la surface de l'échantillon.

à balayage (MEB). Une pointe est portée à un potentiel de quelques kV. Des électrons

sont extraits de l'extrémité de la pointe du fait du fort champ électrique, et sont ensuite accélérés par une anode portée à haute tension (de 5 à 30 kV). Le faisceau d'électrons émis est focalisé sur l'échantillon grâce à des bobines magnétiques. Les électrons qui arrivent à la surface de l'échantillon pénètrent dans le matériau et interagissent avec la matière dans un volume appelé poire d'interaction (figure B.1 (b)). Différents rayonnements sont ré-émis du matériau (figure B.1 (a)). Ceux qui nous intéressent pour la réalisation d'image topographique de la surface de l'échantillon sont les électrons secondaires. L'électron incident peut transmettre une partie de son énergie à un électron, provoquant une ionisation de l'atome par éjection de cet électron. L'électron ainsi éjecté, électron dit secondaire, a une faible énergie (inférieure à 50 eV) (figure B.2).

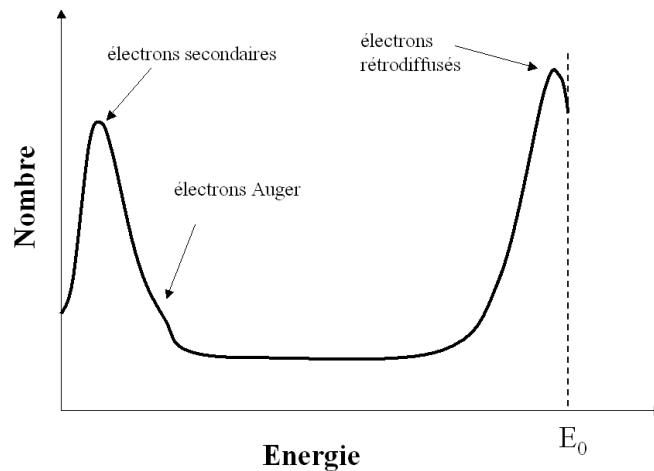


FIG. B.2: Distribution en énergie des électrons émis par l'échantillon sous un faisceau d'électrons d'énergie E_0 .

Il est possible de les collecter en utilisant une grille portée à un potentiel de quelques centaines de volts.

Sur la figure B.1 (b), on remarque que les électrons secondaires proviennent d'une faible profondeur en dessous de la surface (typiquement 10 nm). La zone de ré-émission a environ la même largeur que le faisceau incident (quelques nanomètres). La quantité d'électrons secondaires produits dépend de l'angle d'incidence du faisceau avec la surface. Cela permet d'obtenir des informations topographiques de la surface de l'échantillon.

La figure B.3 montre trois images obtenues en utilisant les électrons secondaires. Le matériau est du GaAs.

La figure B.3 (a) est une vue d'une facette d'une diode laser. On distingue le contact N sur la gauche de l'image, le flanc du méso (au centre de l'image), et la surface non gravée (à droite).

La figure B.3 (b) est une vue d'un échantillon pour la réalisation de diode résonnante. L'observation se fait après une étape de gravure du méso par gravure ionique réactive (RIE). Dans la partie inférieure de l'image, on voit que la surface gravée est très inhomogène et présente des sortes de crevasses, traduisant des conditions de gravures non

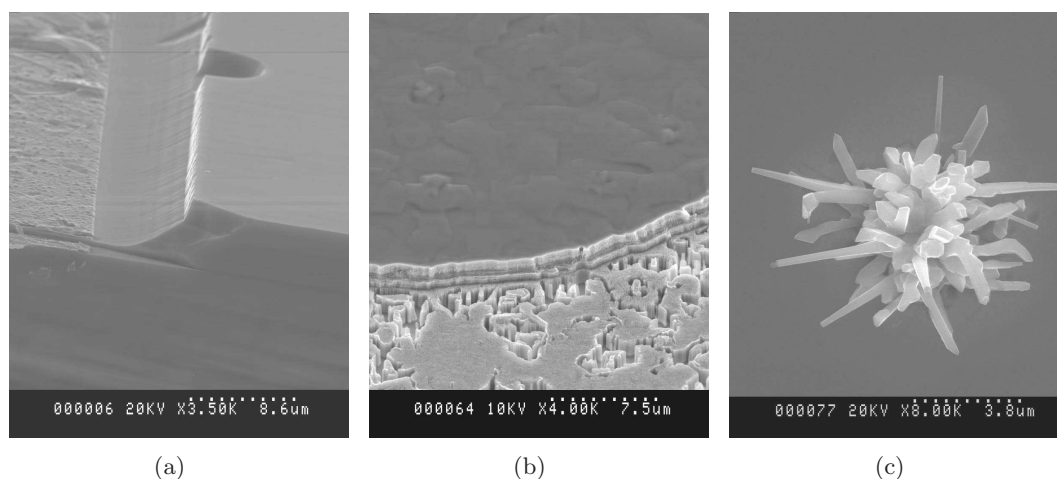


FIG. B.3: Exemples d'images obtenues au microscope électronique à balayage en mode électrons secondaires.

adaptées. En haut de l'image, on trouve la surface non gravée de l'échantillon.

La figure B.3 (c) est une image d'un défaut sur un échantillon.

Bibliographie

J-P. Eberhart

Analyse structurale et chimique des matériaux

Dunod (1989)

Laboratoire de Mécanique des Sols, Structure et Matériaux, *équipe Mécanique et Physique des Matériaux*

Le microscope électronique à balayage Philips XL-30

<http://www.mssmat.ecp.fr/materiaux/meb/meb.html>

A. Martinez-Gil

Croissance auto-organisée de nanostructures métalliques magnétiques sur surfaces de silicium structurées (par lithographie électronique suivie de gravure ionique réactive (RIE))

Thèse de doctorat, (2005)

Annexe C

Diffraction des rayons X

La détermination des paramètres de maille des matériaux ainsi que de l'épaisseur et la composition en indium des puits quantiques (chapitre 3) a été réalisée grâce à la diffraction des rayons X (RX).

Principe

Le principe est basé sur la diffusion élastique des RX par les atomes. Quand un photon X rencontre un atome, il est diffusé avec la même longueur d'onde dans toutes les directions de l'espace.

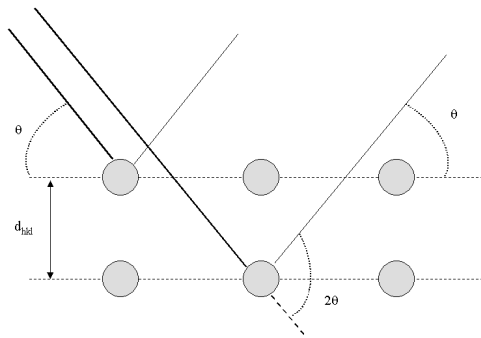


FIG. C.1: Diffusion élastique et interférences constructives : loi de Bragg.

Dans un matériau cristallin, les photons X diffusés par les atomes interfèrent (la distance inter-atomique étant du même ordre de grandeur que la longueur d'onde des RX) et on observe des interférences constructives quand la relation de Bragg est satisfaite.

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{C.1})$$

où

d_{hkl} est la distance interréticulaire du plan (hkl)

θ est l'angle d'incidence des RX

λ est la longueur d'onde des RX

n est l'ordre de la diffraction (n entier)

Diffractomètre

Le diffractomètre utilisé est constitué d'une source de rayons X, d'un monochromateur qui sert à obtenir un faisceau de RX monochromatique (raie $K\alpha_1$ du cuivre, avec $\lambda = 0,1540597$ nm). Le faisceau frappe l'échantillon sous une incidence θ et les rayons diffractés sont récupérés par le détecteur. Il est ainsi possible d'estimer des variations de paramètres de maille avec une résolution de 10^{-4} nm. En intercalant un cristal d'analyse, pour avoir une meilleure séparation de pics proches (diffractomètre haute résolution), la résolution peut aller jusqu'à 10^{-5} nm.

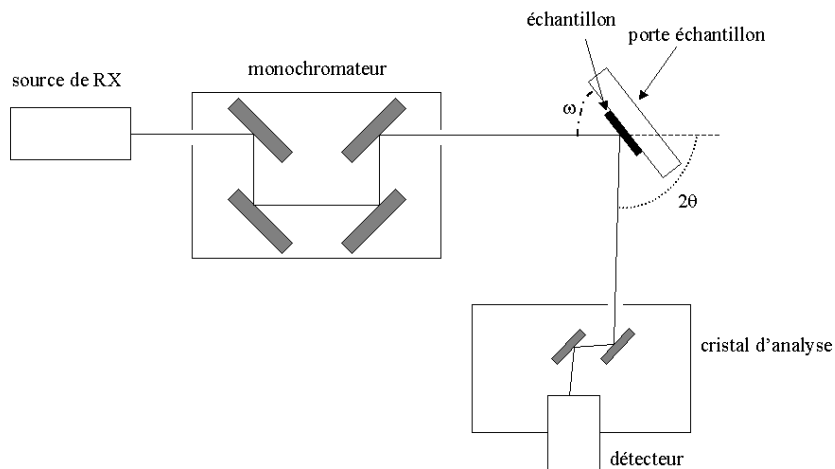


FIG. C.2: Schéma de principe du diffractomètre à haute résolution.

Spectres

a) La *rocking curve*

Une *rocking curve* est une courbe donnant l'intensité diffractée en fonction de l'angle ω autour de la réflexion (hkl).

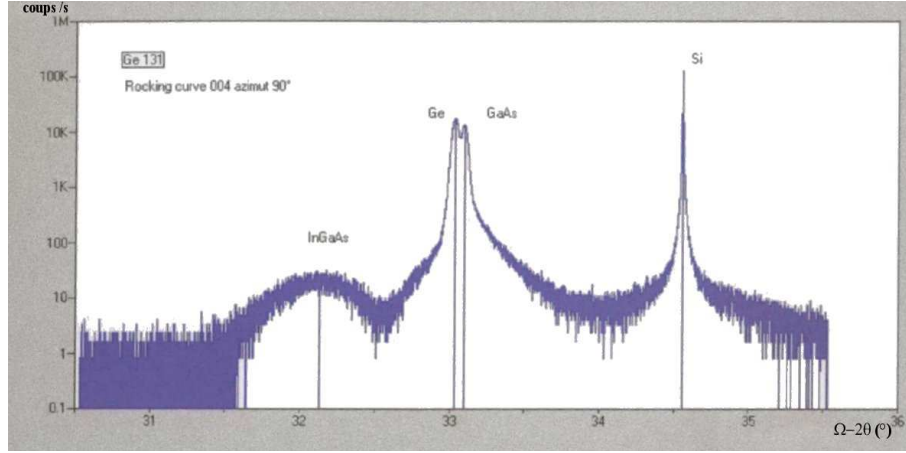


FIG. C.3: Exemple de rocking curve (004) pour un échantillon à puits quantique d'InGaAs/GaAs épitaxié sur PS de Ge/Si (001).

Comme énoncé dans le chapitre 1, l'intensité diffractée est proportionnelle au module carré du facteur de structure F_{hkl} pour le plan (hkl). Pour de bonnes conditions de détection, on choisit les réflexions (004) et (115) pour accéder aux paramètres de mailles du matériau. La figure C.3 donne un exemple de spectre de diffraction selon (004). On distingue 4 pics, attribué de droite à gauche à Si, GaAs, Ge, et InGaAs. Plus le pic est étroit, plus la couche correspondante est épaisse.

Paramètre de maille perpendiculaire à l'interface a_{\perp} : on utilise la *rocking curve* de la réflexion (004).

Le substrat (ici le silicium) a une maille cubique :

$$d_{hkl}^s = \frac{a_s}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Pour (hkl) qui vaut (004),

$$d_{004}^s = \frac{a_s}{4}$$

La couche (ici le germanium) a une maille quadratique, puisqu'on ne connaît pas son taux de contrainte :

$$d_{hkl}^c = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h}{a_{//}}\right)^2 + \left(\frac{k}{a_{//}}\right)^2 + \left(\frac{l}{a_{\perp}}\right)^2}}$$

qui devient pour (004)

$$d_{004}^c = \frac{a_{\perp}}{4}$$

De plus,

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{a_{\perp} - a_s}{a_s}$$

D'après la relation de Bragg, on arrive à

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\sin \theta_c - \sin \theta_s}{\sin \theta_s}$$

et

$$a_{\perp} = a_s + a_s \frac{\Delta a}{a}$$

Ainsi, connaissant le paramètre de maille a_s et l'écart angulaire entre les pics du substrat et de la couche, on remonte au paramètre a_{\perp} de la couche. De cette manière, en prenant le silicium pour substrat, on remonte à a_{\perp} du germanium. En se servant du paramètre du germanium, on remonte à celui du GaAs et en utilisant le paramètre du GaAs on arrive finalement à celui de l'InGaAs.

Paramètre de maille parallèle à l'interface $a_{//}$: on utilise la *rocking curve* de la réflexion (115).

De la même façon que pour la réflexion (004), on a pour la réflexion (115) :

$$d_{hkl}^s = \frac{a_s}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Pour (hkl) qui vaut (115),

$$d_{115}^s = \frac{a_s}{\sqrt{27}}$$

Pour la couche, cela donne pour (115) :

$$d_{115}^c = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{2}{a_{//}}\right)^2 + \left(\frac{25}{a_{\perp}}\right)^2}}$$

D'où

$$a_{//} = \sqrt{\frac{2(d_{115}^c a_{\perp})^2}{a_{\perp}^2 - 25(d_{115}^c)^2}}$$

Avec la relation $\frac{\Delta d}{d} = \frac{d_{115}^c - d_{115}^s}{d_{115}^s}$ et la relation de Bragg, on a accès à d_{115}^c , et ainsi on peut déterminer $a_{//}$ connaissant a_{\perp} .

b) Le *mapping*

Le *mapping* consiste à dresser une carte des intensités diffractées selon deux directions de l'espace réciproque. L'analyseur sélectionne une direction de l'espace réciproque. Les intensités diffractées sont collectées le long de cette direction (comme pour la *rocking curve*), et on explore la direction orthogonale en se décalant de $\Delta\omega$ en chaque scan.

Du *mapping*, on peut visualiser directement l'état de relaxation d'une couche (en utilisant la direction [115]), et l'élargissement des noeuds peut fournir des indications sur la qualité des couches (comme la densité de dislocations).

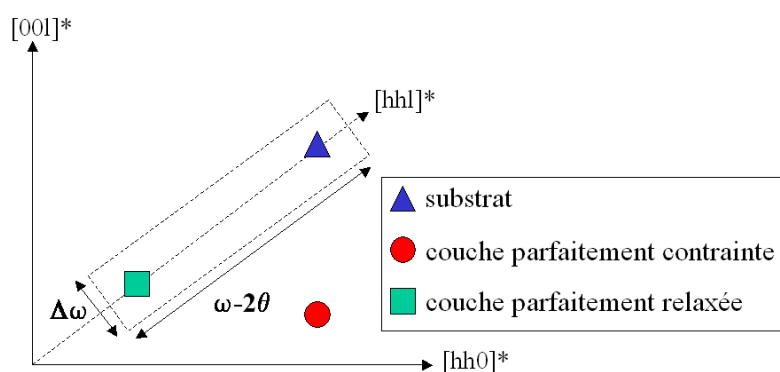


FIG. C.4: Schématisation d'une cartographie de l'espace réciproque (mapping) selon la direction $[hhl]^*$. Visualisation de l'état de relaxation pour une couche de paramètre de maille plus grand que celui du substrat.

Composition en indium

La composition en indium, ainsi que l'épaisseur, des puits quantiques d'InGaAs ont été déterminées en simulant les spectres de diffraction à l'aide du logiciel Philips X'Pert Epitaxy. Le spectre simulé est comparé au spectre expérimental, et permet d'obtenir une estimation de la composition en indium du puits, quand les deux spectres sont corrélés.

Bibliographie

V. Berger

Caractérisation par diffraction X de semiconducteurs III-V épitaxiés sur substrat de silicium

Rapport de stage, (2003)

P.F. Fewster

X-ray diffraction from low-dimensional structures

Semicond. Sci. Technol. **8**, p1915 (1993)

Annexe D

Réflectométrie in situ

La réflectométrie est une méthode de suivi de croissance basée sur le phénomène d'interférence par division d'amplitude. Pour comprendre l'allure du spectre de réflectométrie, nous allons revenir brièvement sur le phénomène d'interférence.

Dans la pratique, on envoie un rayon lumineux sur l'échantillon, et on détecte la lumière qui est réfléchiée (figure D.1).

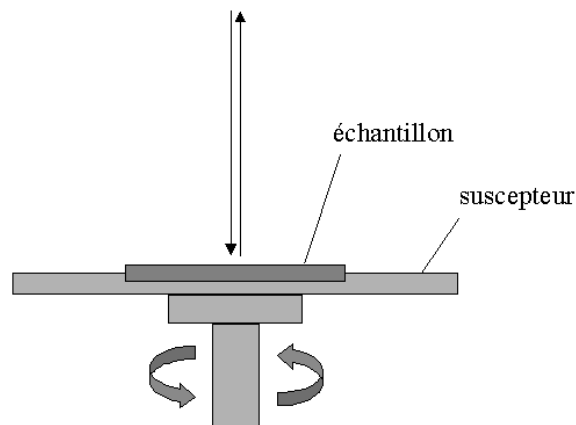


FIG. D.1: Schéma de la réflectométrie in situ.

Au niveau de l'échantillon, on se retrouve dans le cas décrit figure D.2. Si l'on suppose que

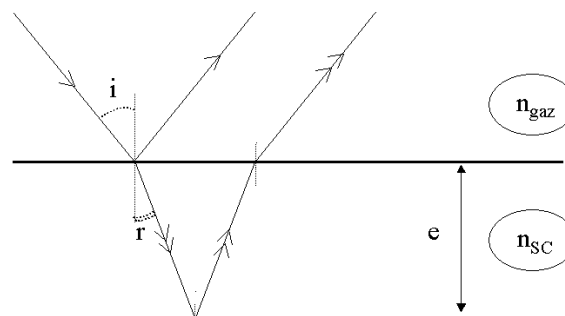


FIG. D.2: Trajet des rayons au niveau de l'échantillon.

l'on est en incidence normale, ie l'angle $i = 0^\circ$, si l'on prend l'indice de réfraction des gaz égal à 1, la différence de marche δ et le déphasage ϕ entre les deux rayons s'écrivent :

$$\delta = 2n_{sc}e$$

$$\phi = \frac{2\pi\delta}{\lambda} = \frac{4\pi n_{sc}e}{\lambda}$$

où

n_{sc} est l'indice de réfraction du matériau

e est l'épaisseur de la couche

λ est la longueur d'onde de la lumière

L'intensité lumineuse I détectée est donnée par :

$$I = \psi\psi^*$$

avec ψ l'amplitude complexe de l'onde lumineuse, et ψ^* son conjugué, qui vaut :

$$\psi = \psi_0 r e^{j\omega t} + \psi_0 t^2 r e^{-2\alpha e} e^{j(\omega t - \phi)}$$

où

ψ_0 est l'amplitude initiale de l'onde

r et t sont les coefficients dus à la réflexion et à la transmission du rayon lumineux

α est le coefficient d'absorption du matériau

Ainsi l'intensité I s'exprime par la relation suivante :

$$I = (\psi_0 r)^2 [1 + (t^2 e^{-2\alpha e})^2 + 2t^2 e^{-2\alpha e} \cos(\frac{4\pi n e}{\lambda})]$$

Dans le spectre de la figure D.3, l'intensité réfléchie I est représentée en fonction de l'épaisseur e . On observe des oscillations de période T , avec $T = \frac{\lambda}{2n}$, dont l'amplitude décroît de manière exponentielle avec l'épaisseur. La diminution d'amplitude provient du fait que l'épaisseur du matériau augmente et donc que l'absorption augmente.

Dans le cas du suivi réflectométrique dans le bâti de l'EPVOM, l'intensité est fonction du temps de croissance. Connaissant la période des oscillations, on peut remonter à la vitesse de croissance du matériau. En effet, pendant le temps d'une période, l'épaisseur aura augmenté de $\frac{\lambda}{2n}$, et la vitesse de croissance v_{croiss} s'exprime alors par :

$$v_{croiss} = \frac{\lambda}{2nT}$$

C'est ce qui a été utilisé pour déterminer les vitesses de croissance pour l'étude de l'effet de la température d'ALE (chapitre 2.2 section 2.2.3).

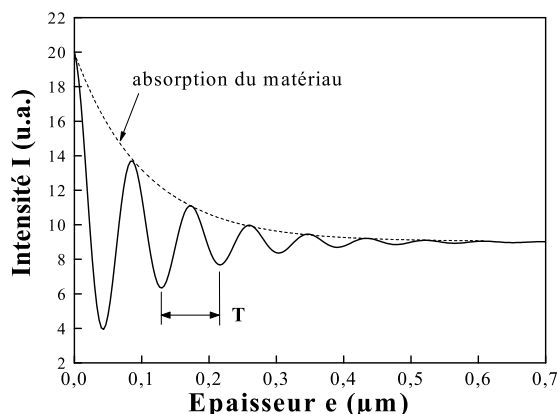


FIG. D.3: Simulation d'un spectre de réflectométrie.

Indice de réfraction du GaAs basse température

Tout d'abord, il faut déterminer l'indice du GaAs épitaxié à basse température. Pour cela, une couche de GaAs a été épitaxiée à 510 °C en un temps t_{croiss} . À l'aide de l'observation d'une coupe au microscope électronique en transmission, l'épaisseur de la couche a été déterminée. Connaissant l'épaisseur et le temps de croissance, on en déduit la vitesse de croissance. En se servant du spectre de réflectométrie in situ, on détermine la valeur de la période T des oscillations. On obtient alors la valeur de l'indice du GaAs à 510 °C :

$$\frac{\lambda}{2n} = v_{croiss}T$$

soit

$$n = \frac{\lambda}{2v_{croiss}T}$$

Ainsi, on trouve que l'indice du GaAs épitaxié à 510°C est $n = 3,73$, pour la longueur d'onde de 900 nm.

Vitesses de croissance à basse température

Les températures qui nous intéressent sont comprises entre 450 °C et 530 °C. On fait l'hypothèse que, dans cet intervalle de température, l'indice de réfraction du GaAs est égal à celui à 510 °C, soit $n = 3,73$. Pour chaque température, de 450 °C à 530 °C, nous avons déterminé la période d'oscillation. Connaissant la longueur d'onde λ utilisée (900 nm), l'indice n , et la période T , on remonte à la vitesse de croissance v_{croiss} à cette température. Les valeurs déterminées sont consignées dans le tableau D.1.

Température (°C)	450	470	490	510	530
v_{croiss} (nm.min ⁻¹ .sccm ⁻¹)	0,4	0,6	1,0	1,8	2,1

TAB. D.1: Vitesses de croissance du GaAs en fonction de la température, par unité de flux de TMGa.

La vitesse est exprimée en nm.min⁻¹.sccm⁻¹. Pour avoir la vitesse de croissance en nm.min⁻¹, il faut multiplier par le flux de triméthylgallium.

Annexe E

Photoluminescence

Le principe de la photoluminescence est résumé figure E.1. L'exemple pris est celui

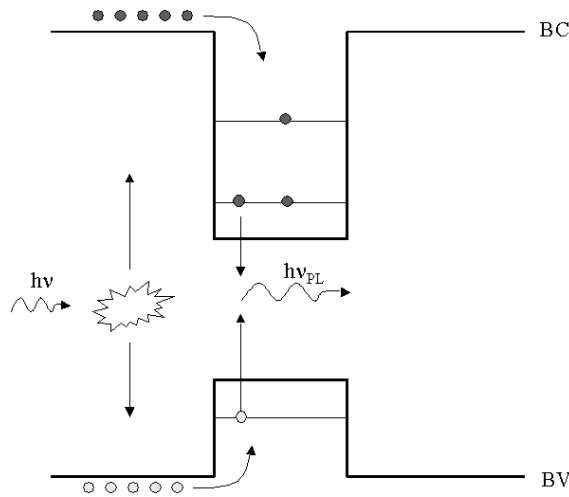


FIG. E.1: Principe de la photoluminescence.

d'un puits quantique. Le principe est le même pour des matériaux massifs ou des boîtes quantiques. A l'aide d'une radiation lumineuse monochromatique d'énergie $h\nu$, on excite les électrons du matériau. L'énergie de la radiation est plus grande que les largeurs de bandes interdites des matériaux barrière et puits : la lumière est absorbée et crée des paires électron-trous. Les électrons et les trous relaxent vers le niveau fondamental du matériau puits. Il peut y avoir recombinaison radiative d'un électron et d'un trou qui donne un photon d'énergie $h\nu_{PL}$ caractéristique de la transition.

Le montage du banc de photoluminescence est schématisé sur la figure E.2. Un laser Nd:YVO₄ émet un faisceau exciteur de longueur d'onde $\lambda_{laser} = 532$ nm. Ce faisceau passe au travers d'une densité tournante qui permet de régler la puissance du rayon. Le faisceau est ensuite haché par le chopper. Il est dévié par une lame semi-réfléchissante et focalisé par une lentille sur l'échantillon. La photoluminescence est collectée par la lentille, passe par la lame semi-réfléchissante, et est focalisée à l'intérieur du monochromateur. Un

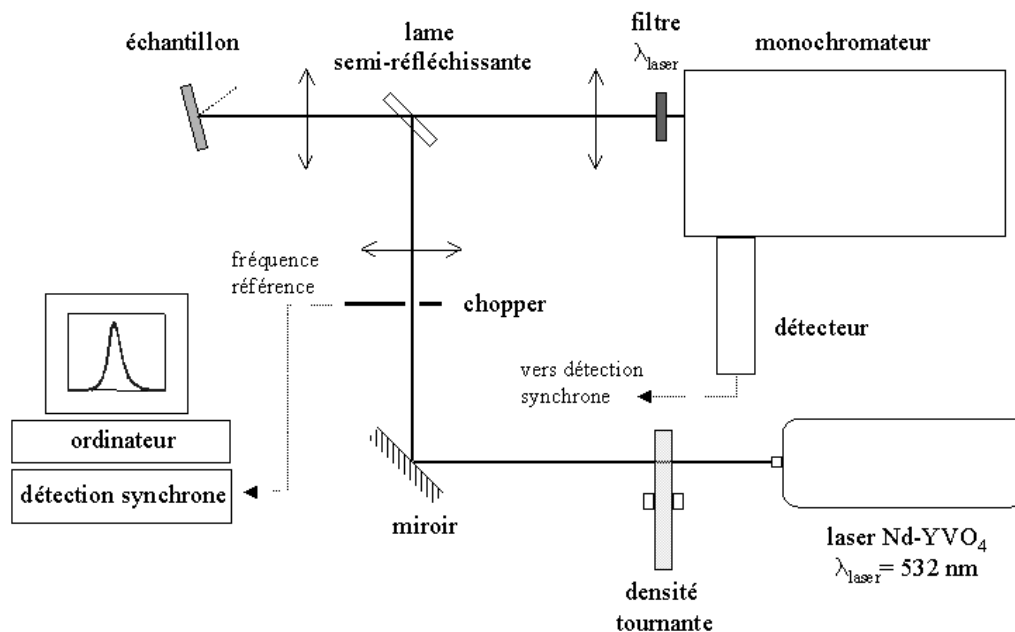


FIG. E.2: Montage de photoluminescence.

détecteur, avec une diode au germanium, refroidi à 77K permet la détection de la lumière. Le signal recueilli étant faible, on utilise un amplificateur avec une détection synchrone pour détecter le signal. Pour éviter de récupérer la lumière du laser, le porte-échantillon est légèrement désorienté pour éviter que des réflexions aillent dans le monochromateur. De plus, à l'entrée du monochromateur, on intercale un filtre pour couper la longueur d'onde du laser.

Le monochromateur balaye les longueurs d'onde, et pour chaque longueur d'onde, les photons qui arrivent dans le monochromateur sont détectés. Un spectre typique de photoluminescence d'un puits quantique est donné à la figure E.3. Sur ce spectre est représentée l'intensité de photoluminescence en fonction de l'énergie. Par commodité, les spectres de photoluminescence seront portés en fonction de l'énergie. Pour passer en longueurs d'onde, on peut utiliser la relation suivante qui lie l'énergie à la longueur d'onde :

$$E = \frac{1,24}{\lambda}$$

où

E est l'énergie en eV

λ est la longueur d'onde en μm

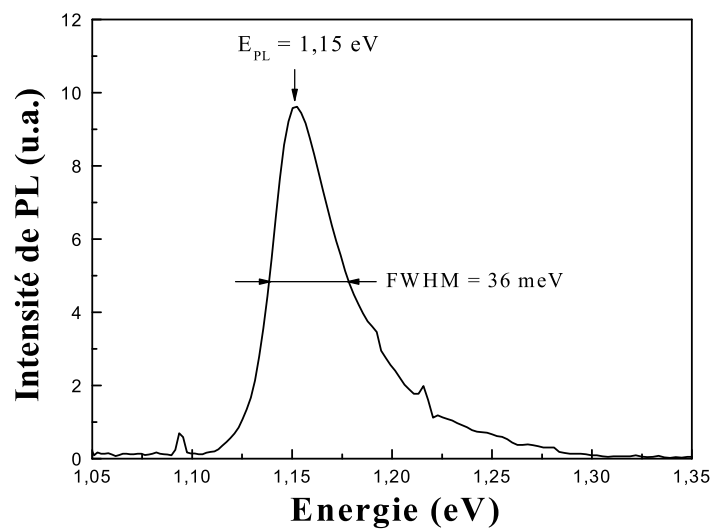


FIG. E.3: Exemple de spectre de photoluminescence.

Les deux valeurs importantes sont l'énergie (ou la longueur d'onde) du pic de photoluminescence et la largeur à mi-hauteur (*Full Width at Half Maximum* FWHM). La FWHM traduit la qualité du puits. Un puits avec des interfaces abruptes conduit à une largeur à mi-hauteur faible.

Annexe F

Réflectométrie à faible cohérence

La réflectométrie à faible cohérence (*Optical Low Coherence Reflectometry* OLCR) est une technique non destructive de détection et de localisation de défauts réfléchissants dans des composants de l'optoélectronique (fibre optique, diode, etc. . .). Elle a été d'abord proposée par Takada en 1987, et est depuis largement utilisée.

Le montage sur lequel est basée la réflectométrie à faible cohérence est l'interféromètre de Michelson. Le montage est schématisé figure F.1. La source utilisée pour nos échantillons émet à la longueur d'onde $\lambda = 1,3 \mu\text{m}$ avec $\Delta\lambda = 50 \text{ nm}$.

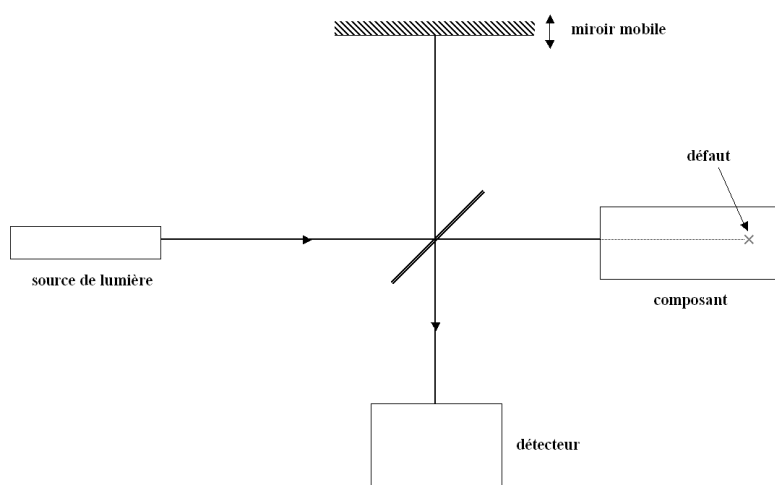


FIG. F.1: Schéma de principe de la réflectométrie à faible cohérence, basée sur l'interféromètre de Michelson.

Pour comprendre le principe de la localisation des défauts avec l'OLCR, revenons d'abord sur le phénomène d'interférence avec une source monochromatique. L'intensité $I(\delta)$ est fonction de la différence de marche δ entre les deux bras de l'interféromètre de Michelson, et s'exprime par :

$$I(\delta) = 2I_0(1 + \cos 2\pi\delta\sigma_0)$$

soit

$$I(\delta) = 4I_0 \cos^2 \pi\delta\sigma_0$$

où

δ est la différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre de Michelson

$\sigma_0 = \frac{1}{\lambda_0}$, λ_0 étant la longueur d'onde de la lumière émise par la source.

Dans le cas de l'OLCR, la source présente une faible cohérence, c'est-à-dire que la source n'est pas extrêmement monochromatique (cf figure F.2).

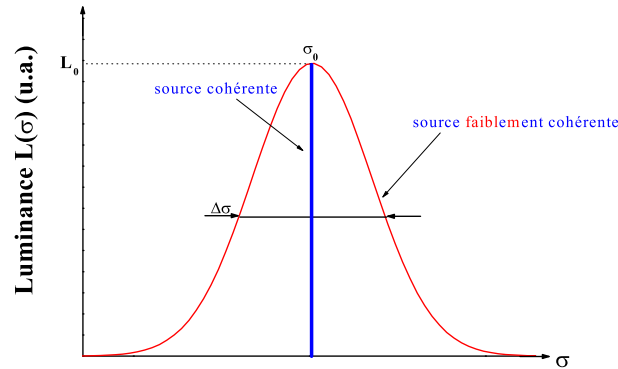


FIG. F.2: Luminance de deux sources de lumière : cohérente (bleu), et faiblement cohérente (rouge).

Pour le calcul de $I(\delta)$, on décompose le continuum en tranches de lumière de largeur $d\sigma$, centrées sur σ et ayant une intensité $L(\sigma)d\sigma$. La contribution $dI(\delta)$ de chaque tranche à $I(\delta)$ s'exprime par :

$$dI(\delta) = 2L(\sigma)d\sigma(1 + \cos 2\pi\delta\sigma)$$

où

δ est la différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre de Michelson.

$\sigma = \frac{1}{\lambda}$, avec λ la longueur d'onde centrale de la tranche considérée

$L(\sigma) = L_0 e^{-\left(\frac{\sigma - \sigma_0}{\Delta\sigma/2}\right)^2}$ est la luminance de la source.

L'intensité $I(\delta)$ devient alors :

$$I(\delta) = \int_0^\infty dI(\delta) = \int_0^\infty 2L(\sigma)(1 + \cos 2\pi\delta\sigma)d\sigma$$

Ce qui donne

$$I(\delta) = 2I_0 \left(1 + e^{-\left(\pi\delta\frac{\Delta\sigma}{2}\right)^2} \cos 2\pi\delta\sigma_0\right)$$

avec

$$I_0 = \int_0^\infty L(\sigma)d\sigma \simeq L_0\Delta\sigma$$

Il y aura interférences quand la différence de marche δ entre les deux bras de l'interféromètre sera inférieure à $\frac{1}{\Delta\sigma}$, qui est la longueur de cohérence (figure F.3).

Avec la source utilisée en OLCR, la longueur de cohérence est faible, de l'ordre de la dizaine de microns.

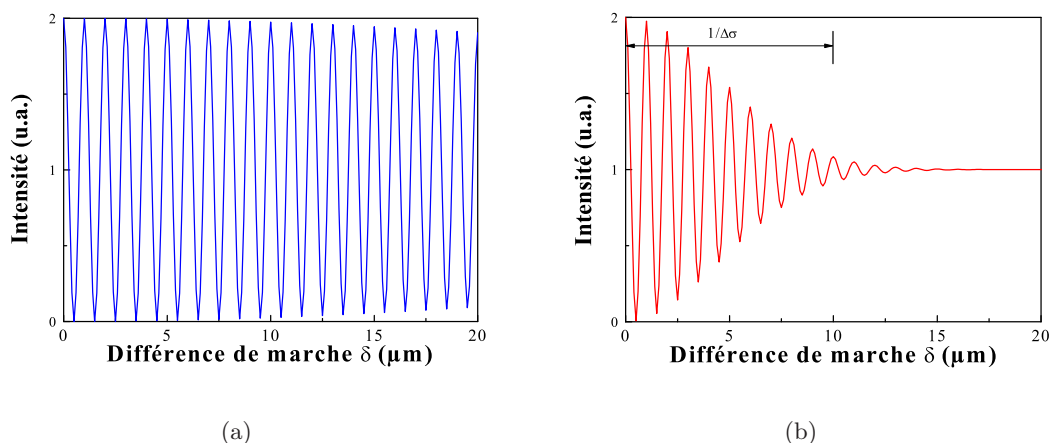


FIG. F.3: Figures d'interférences dans les cas (a) d'une source cohérente ($\Delta\lambda = 10 \text{ nm}$), et (b) d'une source faiblement cohérente ($\Delta\lambda = 100 \text{ nm}$), pour $\lambda_0 = 1000 \text{ nm}$.

En regardant l'enveloppe du signal à la sortie de l'interféromètre de Michelson, on peut ainsi localiser les défauts réfléchissants dans le matériau : il y aura interférences quand la différence de marche entre les deux bras sera inférieure à la longueur de cohérence de la source.

La figure F.4 est un exemple de spectre obtenu par OLCR. Le dispositif étudié est une diode laser. Les deux pics correspondent aux réflexions sur les facettes de la diode.

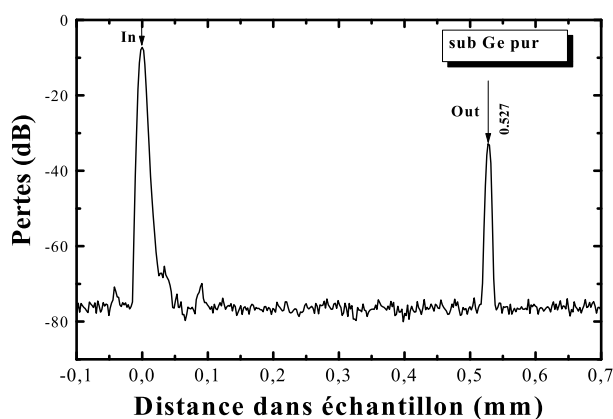


FIG. F.4: Exemple de spectre obtenu par OLCR : le dispositif étudié est une diode laser.

Bibliographie

K. Takada, I. Yokohama, K. Chida, J. Noda

New measurement system for fault location in optical waveguide devices based on an interferometric technique

Appl. Optics **26** (9), p1603 (1987)

H.H. Gilgen, R.P. Novák, R.P. Salathé, W. Hodel, P. Beaud

Submillimeter optical reflectometry

J. Lightwave Techno. **7** (8), p1225 (1989)

J. Serre

Travaux pratiques d'optique, *Mesures Physiques (première année)*

Institut Universitaire de Technologie d'Orsay, (1996)

C.A. Palavicini Cham

Analyse de composants photoniques par réflectométrie à faible cohérence sensible à la phase

Thèse de doctorat, (2004)

Annexe G

Liste des échantillons

Tous les échantillons ont été épitaxiés par Isabelle Sagnes et Guillaume Saint-Girons.

Etude	nom	T_{ALE}	n_{cycle}	t_{Ga}	flux $_{TMGa}$	e_{GaAsBT}	zone active	substrat
Intérêt ALE	Ge5	490°C	20	0,04 s	20 sccm	80 nm	PQ	PS ST
	Ge6						PQ	PS ST
	Ge183b							PS ST
Température ALE	Ge122b	450°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm		PS ST
	Ge132	470°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm		PS ST
	Ge160	490°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm		PS ST
	Ge120	510°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm		PS ST
	Ge121	530°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm		PS ST
Nombre cycles ALE	Ge134	450°C	10	0,04 s	20 sccm	60 nm		PS ST
	Ge135	450°C	40	0,04 s	20 sccm	60 nm		PS ST
Temps de TMGa ALE	Ge127	490°C	20	0,02 s	20 sccm	60 nm		PS ST
	Ge125	490°C	20	0,08 s	20 sccm	60 nm		PS ST
	Ge126	490°C	20	0,16 s	20 sccm	60 nm		PS ST
Flux de TMGa ALE	Ge133	490°C	20	0,04 s	5 sccm	60 nm		PS ST
	Ge129	490°C	20	0,04 s	10 sccm	60 nm		PS ST
	Ge130	490°C	20	0,04 s	30 sccm	60 nm		PS ST
	Ge142	490°C	20	0,04 s	40 sccm	60 nm		PS ST
Epaisseur GaAs BT (1)	Ge153	490°C	20	0,04 s	20 sccm	0 nm		PS ST
	Ge152	490°C	20	0,04 s	20 sccm	20 nm		PS ST
	Ge147	490°C	20	0,04 s	20 sccm	40 nm		PS ST
	Ge113	490°C	20	0,04 s	20 sccm	100 nm		PS ST
	Ge148	490°C	20	0,04 s	20 sccm	120 nm		PS ST
Epaisseur GaAs BT (2)	Ge156	490°C	20	0,04 s	20 sccm	0 nm	PQ	PS ST
	Ge155	490°C	20	0,04 s	20 sccm	20 nm	PQ	PS ST
	Ge143	490°C	20	0,04 s	20 sccm	40 nm	PQ	PS ST
	Ge144	490°C	20	0,04 s	20 sccm	100 nm	PQ	PS ST
	Ge145	490°C	20	0,04 s	20 sccm	120 nm	PQ	PS ST
Influence parois	Ge9 OR4494	490°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm	BQ BQ	PS ST GaAs
DEL et laser	Ge161	490°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm	PQ	PS ST
	Ge163	490°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm	PQ	PS VK
	Ge164	490°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm	PQ	Ge pur
	Ge172	490°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm	PQ	PS VK
	Ge214	490°C	20	0,04 s	20 sccm	0 nm	PQ	PS VK
	Ge175	490°C	20	0,04 s	20 sccm	60 nm	BQ	PS ST
	OR5023						PQ	GaAs
	OR5460						PQ	GaAs

PS ST : pseudo-substrat de Ge/Si (001)

PS VK : pseudo-substrat de Ge/SiGe/Si (001) désorienté de 6° vers < 111 >

Annexe H

Publications

Publications dans des revues avec comité de lecture

1. *Direct growth of GaAs based structures on exactly (001)-oriented Ge/Si virtual substrates : reduction of the structural defect density and observation of electroluminescence at room temperature under CW electrical injection.*
Y. Chriqui, L. Largeau, G. Patriarche, G. Saint-Girons, S. Bouchoule, D. Bensahel, Y. Campidelli, O. Kermarrec, I. Sagnes
Journal of Crystal Growth vol **265**, 53-59 (2004)
2. *Room Temperature laser operation of strained InGaAs/GaAs QW structure monolithically grown by MOVCD on Ge/Si virtual substrate.*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, S. Bouchoule, G. Isella, H. von Kaenel, I. Sagnes
Electronics Letters vol **39** (23), 1658-1660 (2003)

Publications dans des actes de colloques avec comité de lecture

1. *Long wavelength room temperature laser operation of a strained InGaAs/GaAs quantum well structure monolithically grown by MOCVD on LE-PECVD graded misoriented Ge/Si virtual substrate.*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, G. Isella, H. von Kaenel, S. Bouchoule, I. Sagnes.
European Material Research Society Spring Meeting, Strasbourg (France), 25-28 Mai 2004
A paraître dans *Optical Materials*
(**Présentation orale**)
2. *Improvement of the material and optical properties of GaAs grown on (001) Ge/Si VS for the monolithic integration of LED on Si.*
Y. Chriqui, L. Largeau, G. Patriarche, G. Saint-Girons, S. Bouchoule, I. Sagnes, D. Bensahel, Y. Campidelli, O. Kermarrec
European Material Research Society Spring Meeting, Strasbourg (France), 25-28 Mai 2004
(**Poster**)

3. *Material and optical properties of GaAs grown on (001) Ge/Si pseudo-substrate.*
Y. Chriqui, L. Largeau, G. Patriarche, G. Saint-Girons, S. Bouchoule, D. Bensahel,
 Y. Campidelli, O. Kermarrec, I. Sagnes
Material Research Society Spring Meeting, San Francisco (USA), 12-16 avril
 2004
 Proceedings of the Materials Research Society, vol 809
(Présentation orale)
4. *Room Temperature laser operation of strained InGaAs/GaAs QW structure monolithically grown by MOVCD on LE-PECVD Ge/Si virtual substrate.*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, S. Bouchoule, G. Isella, H. von Kaenel, I. Sagnes
Material Research Society Spring Meeting, San Francisco (USA), 12-16 Avril
 2004
(Poster)
5. *Photonics, electronics and silicon-germanium : a possible convergence ?*
 O. Kermarrec, Y. Campidelli, D. Bensahel, S. David, M. Elkurdi , P. Boucaud,
Y. Chriqui, S. Bouchoule, G. Saint-Girons, I. Sagnes
Meeting of the Electrochemical Society, Honolulu (Hawai, USA), 3-8 Octobre
 2004

Colloques sans ou avec actes à diffusion restreinte

1. *Boîtes quantiques d'In(Ga)As sur GaAs par EPVOM - Etude de la formation des îlots.*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, G. Patriarche, J-M. Moison, I. Sagnes
Action Spécifique Boîtes Quantiques, Rennes (France), Mai 2002
(Poster)
2. *Croissance de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs par EPVOM sur pseudo-substrat de Ge/Si (100) pour la réalisation de composants émettant à 1,3 μm .*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, G. Patriarche, J-M. Moison, S. Bouchoule, I. Sagnes,
 O. Kermarrec, Y. Campidelli, D. Bensahel
Journées Nationales de Micro et Optoélectronique (JNMO), Saint-Aygulf
 (France), 29 Septembre-2 Octobre 2002
(Poster)
3. *Croissance de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs par EPVOM sur pseudo-substrat de Ge/Si (100) pour la réalisation de composants émettant à 1,3 μm .*
 I. Sagnes, D. Bensahel, S. Bouchoule, Y. Campidelli, **Y. Chriqui**, O. Kermarrec,
 J-M. Moison, G. Patriarche, G. Saint-Girons
4èmes Journées "Hétérostructures à semiconducteurs IV-IV", 1ères Journées
 "Composants Micro et Nano-électroniques", Grenoble (France), Janvier 2003
(Présentation orale)
4. *Etude de la croissance par EPVOM et des propriétés optiques de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs sur pseudo-substrat de Ge/Si (100) non désorienté.*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, G. Patriarche, J-M. Moison, S. Bouchoule, I. Sagnes,
 O. Kermarrec, Y. Campidelli, D. Bensahel
Journées Nationales du Réseau Doctoral de Microélectronique (JNRDM),
 Toulouse (France), 13-18 Mai 2003
(Poster)

5. *Optimisation du GaAs pour la croissance par EPVOM de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs pour l'émission à 1,3 μm sur Ge/Si (100).*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, G. Patriarche, J-M. Moison, I. Sagnes, O. Kermarrec, Y. Campidelli, D. Bensahel
Journée Nationale des Boîtes Quantiques, Marcoussis (France), 26 Juin 2003
(Poster)
6. *Optimisation du GaAs pour la croissance par EPVOM de boîtes quantiques d'In(Ga)As/GaAs pour l'émission à 1,3 μm sur Ge/Si (100).*
Y. Chriqui, G. Saint-Girons, G. Patriarche, J-M. Moison, I. Sagnes, O. Kermarrec, Y. Campidelli, D. Bensahel
Congrès de la Société Française de Physique, Lyon (France), 7-10 Juillet 2003
(Poster)

