



**HAL**  
open science

# Structures photoréfractives à base de multipuits quantiques GaAs/GaAlAs fonctionnant en transmission pour l'adressage optique

Luc Le Gratiet

► **To cite this version:**

Luc Le Gratiet. Structures photoréfractives à base de multipuits quantiques GaAs/GaAlAs fonctionnant en transmission pour l'adressage optique. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 1996. Français. NNT : . tel-00142544

**HAL Id: tel-00142544**

**<https://theses.hal.science/tel-00142544>**

Submitted on 19 Apr 2007

**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.

Année 1996

---

## Thèse

---

*Présentée au Laboratoire d'Analyse et  
d'Architecture des Systèmes du C.N.R.S.  
en vue de l'obtention du GRADE de DOCTEUR  
de l'UNIVERSITE PAUL SABATIER  
DE TOULOUSE  
SPECIALITE : ELECTRONIQUE - OPTOELECTRONIQUE*

par LUC LE GRATIET  
Maître ès Sciences

---

### **STRUCTURES PHOTOREFRACTIVES A BASE DE MULTIPLAIS QUANTIQUES GaAs/GaAlAs FONCTIONNANT EN TRANSMISSION POUR L'ADRESSAGE OPTIQUE**

---

Soutenue le 23 octobre 1996 devant le jury suivant :

|     |                      |            |
|-----|----------------------|------------|
| MM. | Robert CARLES        | Président  |
|     | Louis LASSABATERE    | Rapporteur |
| Mme | Hélène L'HARIDON     |            |
| MM. | Noël MAGNEA          | Rapporteur |
|     | Xavier MARIE         |            |
|     | Michel PUGNET        |            |
|     | Gérard SARRABAYROUSE |            |
| Mme | Eléna BEDEL-PEREIRA  |            |

---

Rapport LAAS n° 96480  
Thèse préparée au Laboratoire d'Analyse et d'Architecture  
des Systèmes du CNRS  
7, avenue du Colonel Roche  
31077 Toulouse Cedex

*A ma famille*

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS) du CNRS à Toulouse, au sein du Groupe Photonique.

Je remercie Monsieur Costes, directeur du Laboratoire ainsi que Monsieur Muñoz-Yagüe et Madame Fontaine, respectivement responsables du groupe Photonique et de l'équipe SEJM de m'avoir accueilli et permis de mener à bien cette étude.

Je tiens à remercier les membres de mon jury et tout particulièrement Monsieur Carles, Professeur à l'Université Paul Sabatier de Toulouse, qui m'a fait l'honneur de le présider ainsi que Messieurs Lassabatère, Professeur à l'Université de Montpellier II, et Magnéa, Ingénieur au CEA-CENG pour avoir été rapporteurs de cette thèse. J'exprime toute ma gratitude à Madame l'Haridon, Ingénieur au CNET Lannion, à Messieurs Marie, Maître de Conférence à l'INSAT, Pugnet, Professeur à l'Université Paul Sabatier de Toulouse, et Sarabayrouse, Directeur de Recherche au LAAS-CNRS pour leur participation au jury de thèse.

Enfin, je remercie chaleureusement Madame Bedel, Chargée de Recherche au LAAS-CNRS et Directeur de ma thèse pour m'avoir guidé et fait confiance tout au long de la thèse.

Je tiens aussi à remercier tous les collègues de travail qui m'ont soutenu et aidé durant ces trois ans : T. Balaji, V. Bardinal, R. Buhleier, T. Camps, M. Coulibaly, B. Dagens, E. Daran, L. Fesquet, M. Faleh, R. Grac, C. Guerret, J-L. Iehl, S. Khalfallah, H. Leymarie, P. Pernas.

A ces remerciements, je tiens à associer J. Collet, R. Legros, ainsi que J. Groenen (LPS Toulouse), A. Claverie et M. Benamara (CEMES-LOE Toulouse), pour les discussions et interactions fructueuses que nous avons eues.

Je ne saurais oublier le personnel du LAAS, en particulier Mmes Bisson, J. Caminade, D. Daurat, P. Dubreuil, G. Lacoste, Messieurs Marrot, E. Mathieu, S. Mathieu, C. Prost, F. Therez, N. Roussel, G. Vialaret, le service TEAM, l'équipe TBH du Groupe M2I.

Mes remerciements s'adressent aussi aux membres du Réseau Doctoral en Microtechnologies et aux joueurs de l'équipe de Rugby à XV du LAAS avec qui j'ai partagé de très bons moments.

Enfin, je remercie le service Documentation et Edition du LAAS pour avoir assuré la reproduction de cette thèse dans de bonnes conditions.

## SOMMAIRE

|  |    |
|--|----|
| <b>Introduction générale</b>   | 6  |
| <br>   |    |
| <b>CHAPITRE 1 :</b>  |    |
| <b>Structures photoréfractives : fonctionnement et définition</b>                        |    |
| <br>   |    |
| 1.1 - Introduction   | 11 |
| 1.2 - Pourquoi une structure à base de puits quantiques ?                                | 14 |
| 1.2.1 - Intérêt des puits quantiques   | 14 |
| 1.2.2 - Structure retenue  | 18 |
| 1.3 - Mode de fonctionnement du composant  | 20 |
| 1.3.1 - Conséquence du choix de fonctionnement en transmission : élimination du substrat | 20 |
| 1.3.2 - Régime de diffraction  | 21 |
| 1.4 - Réseaux transitoires dans des structures à base de puits quantiques                | 24 |
| 1.4.1 - Sans utilisation d'un champ électrique ; effet plasma                            | 25 |
| 1.4.2 - En appliquant un champ perpendiculairement aux puits                             | 27 |
| 1.4.2.a - Avec transport et piégeage de charges aux interfaces extrêmes                  | 27 |
| 1.4.2.b - En régime impulsionnel et avec transport de charges limité                     | 29 |
| 1.4.3 - En appliquant un champ parallèlement aux puits                                   | 30 |
| 1.4.4 - Choix effectués en vue de l'application visée                                    | 31 |
| 1.5 - Conclusion   | 32 |
| Annexe 1   | 34 |

## CHAPITRE 2 :

### Elaboration des structures

|  |    |
|--|----|
| 2.1 - Technique d'Épitaxie par Jets Moléculaires   | 36 |
| 2.1.1 - Principe de l'EJM  | 36 |
| 2.1.2 - Intérêt de l'EJM   | 37 |
| 2.1.3 - Description du système d'épitaxie  | 38 |
| 2.2 - Conditions de croissance   | 40 |
| 2.2.1 - Influence des flux, conditions de flux   | 40 |
| 2.2.2 - Préparation des substrats  | 41 |
| 2.2.3 - Température d'épitaxie   | 42 |
| 2.2.4 - Uniformité des couches   | 44 |
| 2.2.5 - Diffraction d'électrons de haute énergie en incidence rasante (RHEED)                      | 44 |
| 2.2.5 a - Principe   | 45 |
| 2.2.5 b - Caractéristiques   | 45 |
| 2.2.5 c - Optimisation des conditions de croissance à partir de l'intensité de la tâche spéculaire | 46 |
| 2.2.5 d - Influence des interruptions de croissance  | 47 |
| 2.3 - Elaboration des structures à multipuits quantiques   | 47 |
| 2.3.1 - Valeurs des paramètres optimisés   | 47 |
| 2.3.2 - Structures élaborées   | 48 |
| 2.4 - Croissance de GaAs non stœchiométrique basse température                                     | 50 |
| 2.4.1 - Caractéristiques structurales du matériau  | 51 |
| 2.4.2 - Caractéristiques après recuit  | 51 |
| 2.4.3 - Influence des paramètres de croissance et de recuit sur la durée de vie                    | 54 |
| 2.4.4 - Réalisations et caractérisations   | 57 |
| 2.4.4 a - Épitaxies réalisées  | 57 |
| 2.4.4 b - Étude au microscope électronique à transmission (MET) et en diffraction de rayons X      | 58 |
| 2.4.4 c - Caractérisation de la durée de vie par photoluminescence résolue en temps                | 60 |

|   |    |
|---|----|
| 2.4.5 - Réalisation d'une structure à base de matériau B.T. | 61 |
| 2.5 - Bombardement de protons                               | 63 |
| 2.5.1 - Simulations   | 64 |
| 2.5.2 - Réalisations  | 68 |
| 2.6 - Conclusion  | 69 |

### **CHAPITRE 3 :**

#### **Report des structures. Qualité des reports**

|   |     |
|---|-----|
| 3.A - Techniques de report de films épitaxiés   | 74  |
| 3.A.1 - Technique du collage  | 76  |
| 3.A.2 - Technique du Lift-Off Epitaxial   | 79  |
| 3.A.3 - Description du dispositif expérimental LOE                                    | 85  |
| 3.A.4 - Essais sur divers substrats   | 88  |
| 3.B - Qualité et comparaison des techniques de report                                 | 91  |
| 3.B.1 - Tenue mécanique des reports   | 91  |
| 3.B.2 - Etude des modifications structurales induites par le report                   | 92  |
| 3.B.2.1 - Spectroscopie de photoluminescence  | 93  |
| 3.B.2.2 - Caractérisation Raman   | 98  |
| 3.B.2.3 - Caractérisation par diffraction de rayons X                                 | 101 |
| 3.B.3 - Comparaison des deux techniques de report utilisées                           | 104 |
| 3.C - Adaptation de la technique du LOE en vue de l'application d'un champ électrique | 106 |
| 3.C.1 - compatibilité avec l'utilisation en transmission                              | 106 |
| 3.C.2 - Mise au point de la fabrication d'un dispositif avec électrodes               | 107 |
| 3.C.3 - Dispositif final  | 108 |
| 3.D - Conclusion  | 109 |



## **CHAPITRE 4 :**

### **Propriétés électriques et optiques des dispositifs**

|  |            |
|--|------------|
| 4.1 - Dispositifs étudiés  | 111        |
| 4.2 - Caractéristiques électriques   | 112        |
| 4.3 - Transmittance en régime continu  | 114        |
| 4.3.1 - <i>Montage expérimental</i>  | 114        |
| 4.3.2 - <i>Spectres de transmission obtenus</i>  | 115        |
| 4.3.2.a - <i>sans champ</i>  | 115        |
| 4.3.2.b - <i>avec champ</i>  | 117        |
| 4.4 - Réseaux transitoires en régime pulsé picoseconde   | 121        |
| 4.4.1 - <i>Montage expérimental</i>  | 121        |
| 4.4.2 - <i>Expériences de réseaux transitoires sans utilisation<br/>du champ électrique : manipulations de type plasma</i> | 123        |
| 4.4.3 <i>Expériences de modulation de la transmission sous champ<br/>électrique ; écrantage du champ électrique</i>        | 126        |
| 4.5 - Conclusion   | 131        |
| <b>Conclusion générale</b>   | <b>134</b> |

## INTRODUCTION GENERALE

Depuis plusieurs années, la pénétration de l'optique dans le domaine de l'information a rendu mixtes les systèmes actuels de traitement de l'information : le plus souvent, l'émission et le transport de données se font par voie optique, tandis que le traitement proprement dit se fait électroniquement. Cependant, les conversions électrique/optique et les interconnexions électriques ralentissent le traitement des données, ce qui représente une limitation pour les applications récentes telles que les réseaux de communications ou les communications entre ordinateurs nécessitant des débits de plus en plus élevés. Les recherches actuelles visent à augmenter la part de l'optique dans ces systèmes, en repoussant plus loin dans la chaîne de traitement de l'information les conversions électrique/optique, et stimulent ainsi le développement de composants photoniques. Ces composants, utilisant la modulation de la lumière par la lumière ou par une commande électrique, ne rompent pas la chaîne photonique -transportant le signal- dans laquelle ils sont insérés et sont donc utiles pour accélérer le traitement de l'information. Ils peuvent réaliser des fonctions élémentaires telles que l'émission, la mémorisation, la commutation et l'adressage.

Parmi les domaines d'application cités, ce travail est plus particulièrement consacré aux composants réalisant une fonction de commutation spatiale de faisceaux par réseaux de diffraction photoinduits, fonction tout-optique utile pour le routage et l'adressage de données par voie optique. Les interconnexions optiques reconfigurables dynamiques utilisant des réseaux transitoires pour dévier des faisceaux ouvrent la voie au traitement parallèle de l'information [1]. Nous avons considéré les possibilités offertes par



l'exploitation des non-linéarités des semiconducteurs III-V dans la région spectrale voisine de la bande interdite.

Pour être concurrentiels vis-à-vis des composants électroniques, ces composants doivent être performants en terme de rapidité, d'intégrabilité aux systèmes de traitement de l'information, d'énergie de commande.

Ce travail repose sur la prise en compte de chacun de ces aspects :

- la rapidité :

Nous rechercherons des temps de réponse subnanoseconde à l'écriture de réseaux de diffraction. Plus ce temps est court, plus le temps consacré au traitement proprement dit (aiguillage du faisceau) est relativement important, laissant ainsi la possibilité d'augmenter la fréquence d'écriture des réseaux

- l'intégrabilité aux systèmes de traitement de l'information :

La mise en œuvre de techniques permettant le fonctionnement de nos composants en transmission est une de nos problématiques. En effet, dans certains cas, la simplification des architectures des systèmes impose cette configuration. Les techniques retenues consistent à éliminer le substrat de croissance de la structure pour ne garder que la partie épitaxiée, et la reporter sur un substrat transparent ou semi-transparent.

- l'énergie de commande :

Nous utiliserons un champ électrique statique pour abaisser l'énergie d'écriture des réseaux diffractants. Le fonctionnement repose sur l'écrantage du champ par les porteurs photogénérés qui modifie l'indice et/ou l'absorption dans les régions éclairées.

Cette étude ne peut se faire sans la réalisation de dispositifs polarisables fiables dont les propriétés optiques sous champ électrique présenteront une modulation suffisante.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons choisi une structure à base de multipuits quantiques (MPQ) en raison de leurs propriétés originales (résonance excitonique à température ambiante, sensibilité des propriétés optiques au champ électrique, vitesse de réponse élevée). Plusieurs équipes ont montré l'intérêt de ces éléments de basse dimensionnalité dans des dispositifs photoréfractifs aussi bien pour les matériaux III-V que pour les matériaux II-VI. Le Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble (CENG) [2], AT&T Bell Laboratories [3] travaillent sur des MPQ CdTe/CdZnTe, le Centre National d'Etude des Télécommunications (CNET) étudie des dispositifs à base d'InP/InGaAs(P) [4]. En ce qui concerne les travaux sur GaAs/GaAlAs, Partovi et al., Nolte et al. ont reporté des résultats sur des dispositifs à MPQ rendus semi-isolants (par dopage au chrome [5] ou par bombardement de protons [6]) pour le stockage de charges. Les temps de maintien des réseaux de diffraction obtenus se situent dans la gamme  $\mu\text{s} \dots \text{ms}$ , temps mille fois plus longs que ceux que nous visons. Récemment, Canoglu et al. [7] ont reporté des résultats de diffraction pour des énergies inférieures à  $30 \text{ nJ/cm}^2$  et des temps de maintien de l'ordre de la nanoseconde.

Le composant à MPQ que nous proposons sera élaboré par épitaxie par jets moléculaires avec des matériaux III-V, filière sur laquelle nous travaillons. Ce travail a été réalisé dans le cadre d'un contrat avec le CNET (n°93 1B 140). *Son originalité réside dans le fait que toute l'étude est menée sur des dispositifs photoréfractifs fabriqués par report des couches épitaxiées sur substrats transparents ou semi-transparentes, et que les techniques de report sont des outils importants à la fois pour la conception de composants*

*photoniques intégrables [8][9][10] et pour l'assemblage de matériaux semiconducteurs avec d'autres matériaux ou d'autres semiconducteurs [8][11], domaines en plein essor.*

Ce mémoire se compose de quatre parties :

Le Chapitre 1 développe les éléments théoriques nécessaires à la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu et pose les problèmes du choix de la structure à réaliser, du fonctionnement en transmission et de l'énergie d'écriture des réseaux.

Le Chapitre 2 décrit la technique de l'épitaxie par jets moléculaires ainsi que les conditions de croissance que nous avons adopté pour la réalisation de nos structures. L'intérêt de la croissance de matériau à basse température (B.T.) et de l'irradiation de protons est souligné. Nous discutons de l'étude menée pour la détermination des conditions de croissance des matériaux B.T.. Les paramètres de l'implantation (énergies, doses) et les conditions adoptées pour l'irradiation de protons sont présentés.

Le Chapitre 3 présente l'ensemble des étapes technologiques des techniques de report de couches épitaxiées mises au point pour la réalisation d'un diffracteur de lumière fonctionnant en transmission. Ce chapitre souligne également la difficulté d'obtenir des interfaces couches épitaxiées/substrat d'accueil permettant la polarisation des dispositifs réalisés. La qualité des reports est étudiée par photoluminescence, par diffraction de rayons X, par spectrométrie Raman et par des tests de tenue mécanique.

Enfin, le Chapitre 4 est consacré aux caractérisations électriques et optiques effectuées sur les différents types de dispositifs réalisés. Des expériences de type «plasma», des spectres de transmission en régime continu et pulsé, des expériences d'automodulation de la transmission y sont décrites.

## Références

- 1 B.E.A Saleh, M.C. Teich  
Fundamental of Photonics, Ch.21, 832 (Wiley-Interscience)
- 2 Thèse de Doctorat de Helge Haas, Université Joseph Fourier, Grenoble I, 1995
- 3 A. Partovi, A.M. Glass, D.H. Olson, G.J. Zydzik, K. T. Short, R.D. Feldman, R.F.Austin. Appl. Phys. Lett. 59 Vol.15 (1991), 1832
- 4 H. L'Haridon, B. André, M. Baudet, C. De Matos, B. Lambert, A. Le Corre, R. Lever, S. Salaun, J.C. Keromnes, G. Moisan, C. Vaudry, L. Le Gratiet.  
Proceedings of the International Conference on Heteroepitaxy, Montpellier, France, 1995. World Scientific, Londres.
- 5 A. Partovi, A.M. Glass, D.H. Olson, G.J. Zydzik, H.M. O'Bryan, T.H. Chiu, W.H. Knox. Appl. Phys. Lett. 62 Vol. 5 (1993), 464.
- 6 D.D. Nolte, D.H. Olson, G.E. Doran, W.H. Knox, A.M. Glass  
J. Opt. Soc. Am. B, Vol. 7, n°11 (1990), 2217
- 7 E. Canoglu, C-M Yang, E. Garmire, D. Mahgerefteh , A. Partovi, T. H. Chiu, G. J. Zydzik. Appl. Phys. Lett. 69, Vol 3 (1996), 317
- 8 A. Ersen, E. Yablonovitch, T. Gmitter, I. Schnitzer  
SPIE Vol.1849 Optoelectronic Interconnects (1993), 280
- 9 A. Salvador, B. Sverdlov, T. Lehner, A. Botchkarev, F. Huang, H. Morkoç  
Appl. Phys. Lett. 65 Vol.15 (1994), 1880
- 10 K.H. Calhoun, N.M. Jokerst  
Optics Letters Vol.18, n°11 (1993), 882
- 11 I. Pollentier, C. Brys, P. Demeester, P. Van Daele, L. Martens  
Electronics Letters Vol.29, n°3 (1993), 291

## **Chapitre 1**

**Structures photoréfractives :**

**fonctionnement et définition**





## 1.1 - Introduction

Les composants photoniques sont adaptés au routage et au traitement de l'information par voie optique car ils ne rompent pas la chaîne photonique dans laquelle ils sont insérés, repoussant ainsi la conversion optique/électrique plus loin dans la chaîne.

L'objectif de cette étude est la réalisation de structures photoréfractives fonctionnant en transmission (Figure 1-1), dans lesquelles nous pouvons inscrire un réseau diffractant capable de défléchir un faisceau incident, et qui présentent une cinétique de diffraction adaptée aux architectures de traitement de l'information et aux performances imposées par les applications de routage et d'adressage de données.

La déflexion de faisceaux est réalisée en vue d'effectuer une fonction d'adressage de 1 vers N. Le faisceau défléchi peut être émis soit dans le même sens que le faisceau incident (fonctionnement en transmission), soit en sens inverse (fonctionnement en réflexion).

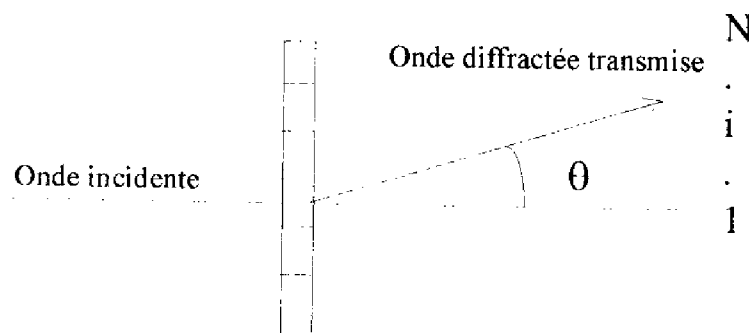


Figure 1-1 : Diffraction en transmission

Nous étudions ici le cas de composants fonctionnant en transmission. L'intérêt de fabriquer un composant opérant en transmission est de pouvoir effectuer un adressage direct simplifiant dans certains cas la mise en œuvre et l'architecture des systèmes.

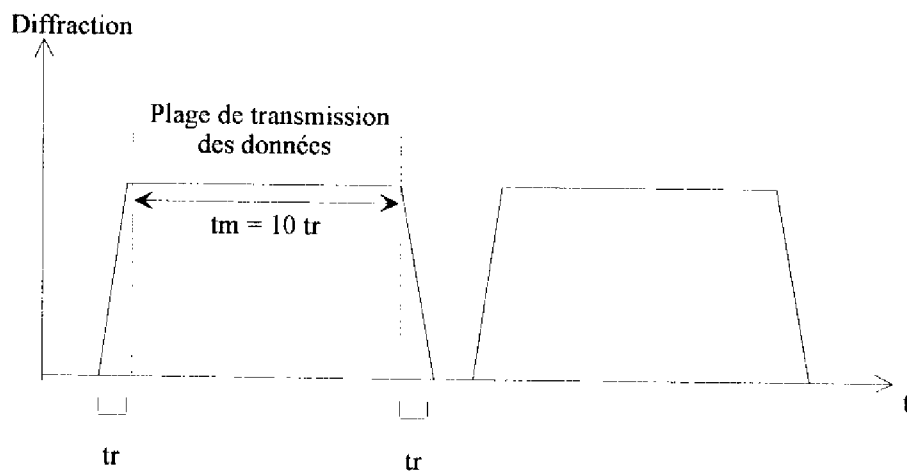
La déflexion d'un faisceau peut être obtenue en faisant diffracter le faisceau à travers un réseau inscrit dans un semiconducteur. Le faisceau diffracté forme un angle  $\theta$  avec le faisceau transmis. Cet angle est modifiable en changeant le pas du réseau (Cf. § 1.3.2) et définit ainsi une direction correspondant à la destination  $i$  dans la matrice (1...N) pour le faisceau diffracté.

Lors de l'opération de déflexion, nous distinguons deux phases successives : la première, appelée «phase d'écriture», consiste à inscrire le réseau de diffraction dans le semiconducteur. La deuxième, appelée «phase de lecture», consiste à transmettre les données pendant la durée correspondant aux temps de maintien du réseau dans le semiconducteur. En général, l'effacement peut être obtenu par un éclairage uniforme, mais une autre méthode consiste à exploiter la disparition naturelle du réseau. On peut alors procéder à l'inscription d'un autre réseau diffractant.

Dans ce travail, nous essaierons d'obtenir un temps «tr» d'écriture ou d'effacement du réseau diffractant de moins d'une nanoseconde, tout en ayant un temps de maintien «tm» environ 10 fois plus long pour permettre la transmission d'un train de données dans de bonnes conditions. La figure 1-2 schématise un cahier de charges *possible* pour l'application visée en ce qui concerne ces contraintes. Nous nous sommes attaché plus particulièrement aux aspects cinétique et énergie d'écriture des composants.

Dans le semiconducteur, le réseau de diffraction est créé par une variation spatialement non uniforme de l'indice optique et/ou par une variation non uniforme de

l'absorption ; pour une longueur d'onde donnée, une de ces deux variations peut prédominer. Les matériaux photoréfractifs ayant la faculté de transformer une intensité lumineuse non uniforme en réseau de diffraction, il est possible de les utiliser pour y écrire et y conserver un réseau de diffraction pendant un certain temps. Nous avons opté pour des structures photoréfractives à base de puits quantiques GaAs/GaAlAs élaborées par épitaxie par jets moléculaires. Les raisons de ce choix seront détaillées au paragraphe 1.2.



**Figure 1-2 : Cahier des charges possible pour l'application visée**

L'inscription du réseau de diffraction dans une structure photoréfractive à base de multipuits quantiques peut se réaliser de différentes manières :

i) en photogénération un plasma electron-trou. L'indice optique étant dépendant de la densité des porteurs, la modulation spatiale d'indice et/ou d'absorption est alors obtenue par la modulation de densité du plasma.

ii) en photogénéralant une densité de porteurs plus faible que dans le cas précédent, mais en utilisant un champ électrique, appliqué perpendiculairement ou parallèlement aux puits, et éventuellement, le piégeage de charges sur des défauts introduits dans le matériau de façon complémentaire. La modulation spatiale d'indice et/ou d'absorption est alors la conséquence de l'écrantage du champ électrique.

Chacun des cas sera abordé avec plus de détails au paragraphe 1.4 et nous examinerons les critères de choix.

## **1.2 - Pourquoi une structure à base de puits quantiques ?**

Nous illustrerons l'intérêt d'une structure à puits quantiques en nous appuyant sur une structure à base de GaAs/GaAlAs dont l'épitaxie est maîtrisée au laboratoire. Après avoir rappelé les principales propriétés des puits quantiques, nous verrons en quoi il est judicieux de les utiliser dans les applications de routage et d'adressage de données.

### ***1.2.1 - Intérêt des puits quantiques***

Les structures à multipuits quantiques (MQW) sont des semiconducteurs artificiels obtenus par la croissance alternée de fines couches de matériaux ayant une énergie de bande interdite différente mais présentant des paramètres de maille voisins afin d'assurer une croissance sans contraintes. La figure 1-3 représente l'allure des bandes de valence et de

conduction d'une structure composée de puits quantiques en GaAs et de barrières en  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  (où  $x$  représente le pourcentage d'aluminium dans la structure).

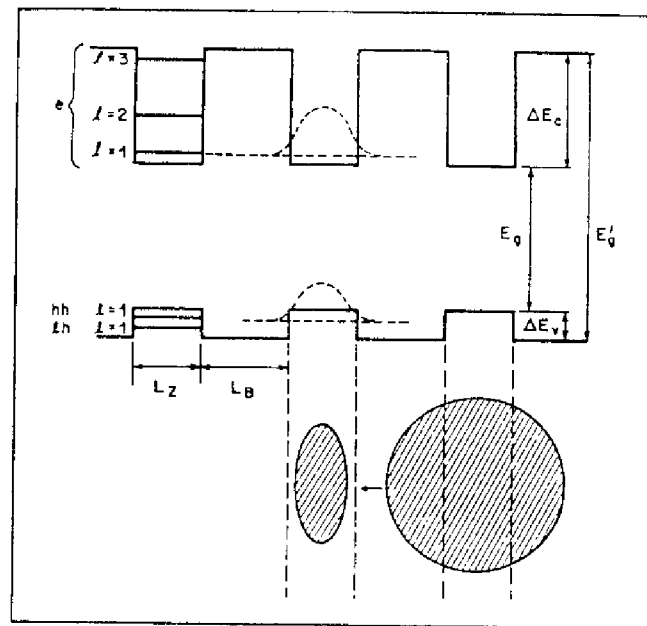
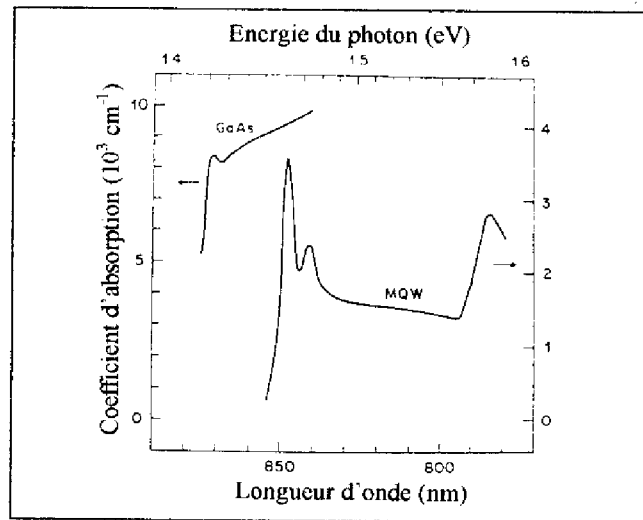


Figure 1-3 : Schéma de bandes d'une structure à puits quantiques GaAs/GaAlAs

Dans une structure à puits quantiques, les électrons et les trous sont confinés automatiquement dans les puits de potentiel des bandes correspondantes (Figure 1-3). Leur énergie et leur fonction d'onde associées en sont modifiées. Les propriétés optiques sont donc différentes de celles que présente le matériau massif [1]. En particulier, le confinement des porteurs dans les puits facilite la formation d'excitons grâce à la réduction artificielle de la distance moyenne entre les électrons et les trous. Elle permet d'observer les effets

excitoniques à température ambiante, contrairement au cas du massif [2]. De façon générale, l'interaction avec la lumière est plus efficace que dans le matériau massif.

Ainsi, le spectre d'absorption d'une structure à puits quantiques présente un pic d'absorption excitonique qui traduit une résonance pouvant être exploitée afin d'obtenir des effets non linéaires. La figure 1-4 représente les spectres d'absorption du matériau GaAs et de puits quantiques GaAs de largeur 102 Å (barrières de  $\text{Ga}_{0,72}\text{Al}_{0,28}\text{As}$  de largeur 207 Å) [3].



**Figure 1-4 : Spectre d'absorption d'une structure à puits quantiques GaAs/GaAlAs**

Les excitons étant des paires électrons-trous faiblement liées, ils sont d'autant plus sensibles à la présence de porteurs libres ou à la présence d'un champ électrique [1] :

i) la présence de porteurs libres peut écranter l'attraction coulombienne entre électron et trou formant l'exciton.

ii) lorsqu'on applique un champ électrique externe perpendiculairement aux couches, l'absorption excitonique se décale vers les faibles énergies. C'est l'effet Stark confiné quantiquement (QCSE), illustré par la figure 1-5, effet qui sera utilisé dans nos structures par la suite afin de moduler la transmission. L'élargissement du pic d'absorption excitonique est peu important dans le cas du champ appliqué perpendiculairement aux couches, car même si l'électron et le trou sont tirés selon des directions opposées dans les puits par le champ électrique, l'interaction coulombienne entre eux reste forte, et l'exciton ne se détruit pas aussi facilement que dans le matériau massif.

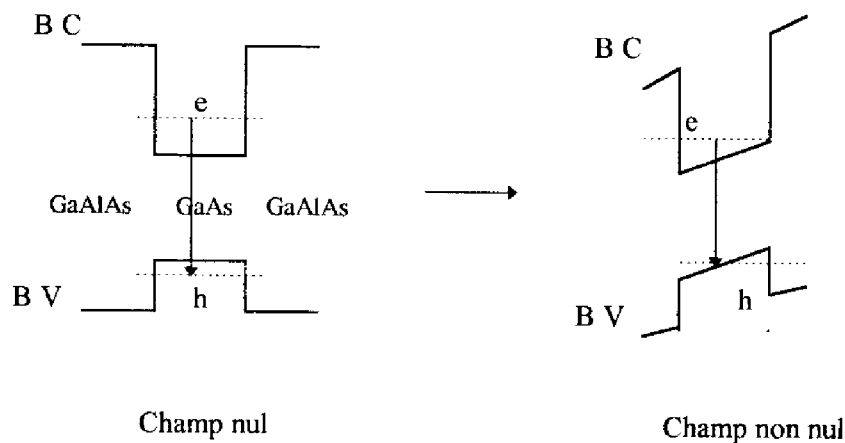


Figure 1-5 : Effet Stark Confiné Quantiquement

Les structures à multipuits quantiques sont donc intéressantes :

- pour leurs effets excitoniques à température ambiante,
- pour la sensibilité des caractéristiques optiques vis-à-vis du champ électrique,



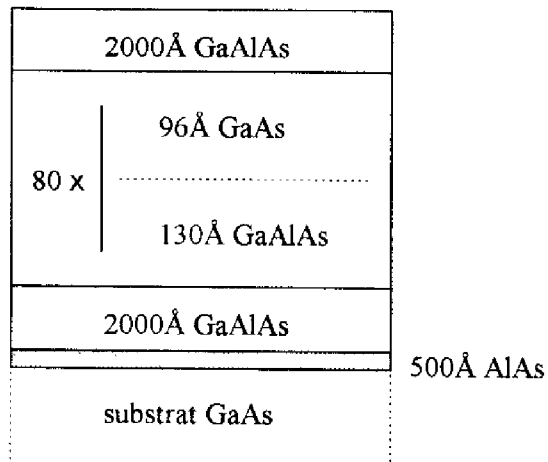
- dans la géométrie «champ perpendiculaire aux puits», en raison de la faible épaisseur de la structure, de faibles tensions suffisent pour obtenir des champs électriques importants et l'écrantage du champ est réalisable dans des temps très courts.

La possibilité de modifier aisément les diagrammes de bandes d'énergies en changeant le taux d'aluminium des barrières  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  ou la largeur des puits ("band-gap engineering") est également d'un grand intérêt pour adapter une structure à une application.

### ***1.2.2 - Structure retenue***

La structure retenue est symétrique (Figure 1-6). Elle comporte 80 puits quantiques d'épaisseur 96 Å en alternance avec des barrières d'épaisseur 130 Å. Les puits sont en GaAs, le taux d'aluminium dans les barrières GaAlAs est de 30 %.

Le nombre et l'épaisseur des puits ont été choisis de telle sorte que l'épaisseur totale des puits soit proche de  $\alpha^{-1}$  où  $\alpha$  représente l'absorption à la résonance excitonique (de l'ordre de  $10^4 \text{ cm}^{-1}$ ). Pour obtenir un bon confinement dans les puits, tout en laissant aux électrons et aux trous la possibilité de se séparer à l'intérieur d'un puits, nous avons fixé la largeur du puits à 96 Å (ce qui correspond à un nombre entier de 17 monocouches d'arséniure de gallium). En outre, l'épaisseur des barrières a été choisie afin que les puits ne soient pas couplés entre eux. Enfin, nous avons tenu compte de l'épaisseur totale de la structure épitaxiée ( $\approx 2 \mu\text{m}$ ) pour ne pas compliquer l'utilisation des techniques de report de couches épitaxiées en prenant des épaisseurs trop faibles.



**Figure 1-6 : Structure photoréfractive retenue**

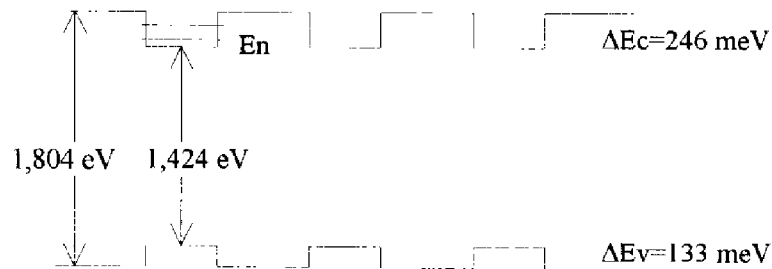
Le diagramme des bandes d'énergie correspondant (Figure 1-7) a été calculé à 300 K à partir de la formule donnant la variation de la bande interdite en fonction du taux d'aluminium, et du rapport de la variation d'énergie de la bande de valence par rapport à celle de la bande de conduction :

$$E_g(x) = 1,424 + 1,155 x + 0,37 x^2 \quad (0 < x < 0,45) \quad [4]$$

$$E_g(x=0) = 1,424 \text{ eV}$$

$$E_g(x=0,3) = 1,804 \text{ eV}$$

$$\frac{\Delta E_c}{\Delta E_v} \approx \frac{65}{35} \quad [5]$$



**Figure 1-7 : Diagramme des bandes d'énergie de la structure à multipuits quantiques**

Les niveaux discrets  $E_n$  dans les puits ont été calculés par résolution algébrique de l'équation de Schrödinger, en tenant compte de la profondeur du puits et de la différence de masse dans/hors du puits et en tenant compte de la hauteur des puits. Deux niveaux sont possibles dans le puits. Le premier niveau se situe à  $E_1 = 33 \text{ meV}$ , tandis que le deuxième se situe à  $E_2 = 131 \text{ meV}$ .

### 1.3 - Mode de fonctionnement du composant

#### 1.3.1 - Conséquence du choix de fonctionnement en transmission : élimination du substrat

Nous souhaitons travailler à une longueur d'onde unique, que ce soit pour écrire ou pour lire les réseaux diffractants, posant donc le problème du choix de cette longueur d'onde. La figure 1-4 (§ 1.2.1) reportant à la fois le spectre d'absorption d'une structure à puits quantiques et le spectre d'absorption d'une couche de GaAs d'épaisseur comparable,

montre que, dans la gamme de longueurs d'onde que l'on peut utiliser pour photogénérer des porteurs dans les puits, le substrat GaAs est absorbant. Par conséquent, quelle que soit la longueur d'onde choisie, la transmission même partielle du faisceau de lecture est impossible.

Travailler en transmission à une longueur d'onde unique nous conduit à réduire l'épaisseur de nos composants pour permettre la transmission partielle du faisceau de lecture.

Les méthodes technologiques développées en vue de la réduction de l'épaisseur des composants seront détaillées au chapitre 3. Elles permettent de ne conserver que la partie épitaxiée de la structure et ainsi d'abaisser à quelques microns l'épaisseur de matériau traversée par le faisceau de lecture. Nous allons voir que cela nous conduit à nous placer en régime de Raman-Nath pour les réseaux diffractants.

### *1.3.2 - Régime de diffraction*

Dans un réseau suffisamment mince et en incidence normale, on observe plusieurs ordres diffractés ( $D_1$  à  $D_n$ ), comme le montre la figure 1-8. Le critère d'épaisseur d'un réseau de diffraction est généralement défini [6] par l'introduction du paramètre  $Q$  intervenant dans l'expression de l'intensité diffractée à l'ordre 1 :

$$Q = \frac{\pi \lambda d}{n \Lambda^2}$$

où  $d$  est l'épaisseur excitée,

$\Lambda$  le pas du réseau,

$n$  l'indice optique du matériau.

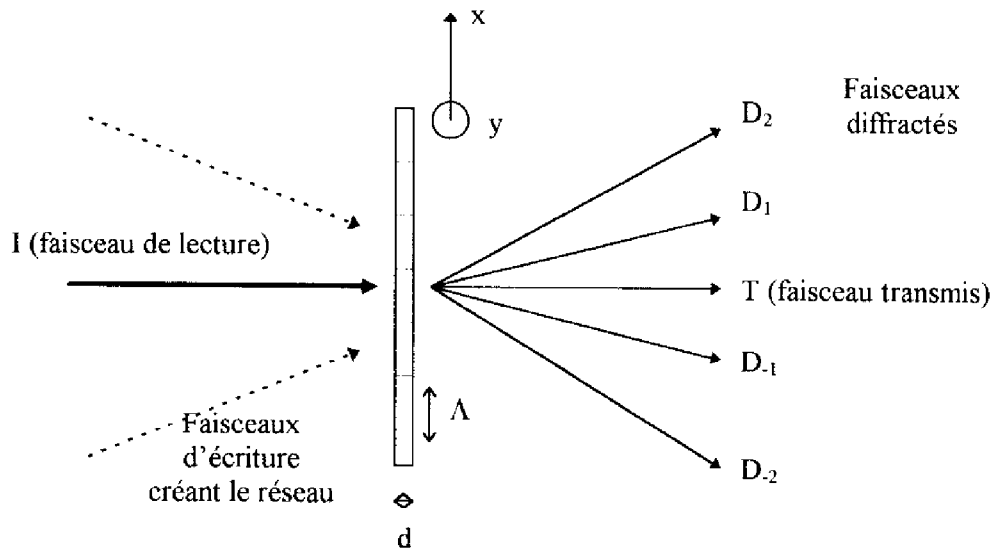


Figure 1-8 : Régime de Raman-Nath

Lorsque  $Q$  est supérieur à 10, on considère que le réseau est épais. Lorsque  $Q$  est inférieur ou de l'ordre de 0,1, on considère que le réseau est mince et que l'on est en régime de Raman-Nath. Nous nous placerons dans ce dernier cas. En effet, l'épaisseur excitée dans nos structures (épaisseur constituée par la somme des épaisseurs des puits) ne dépassant pas  $0,8 \mu\text{m}$ , le critère  $Q$  vaut par exemple 0,017 pour un pas  $\Lambda$  de  $6 \mu\text{m}$  et  $\lambda = 850 \text{ nm}$ .

Les directions des différents ordres diffractés obéissent à la loi classique des réseaux :

$$\sin \theta_p = \sin \theta_i + p \frac{\lambda}{\Lambda}$$

où  $p$  est un nombre entier définissant l'ordre de diffraction ( $p=1,2,\dots$ ),

$\theta_i$  l'angle d'incidence du faisceau.

Le rendement total de diffraction dans le réseau mince peut se définir comme étant le rapport :

$$\eta = \frac{\sum \text{intensité des faisceaux diffractés}}{\text{intensité du faisceau incident}}$$

A l'ordre  $p$ , l'expression du rendement de diffraction est alors donnée par (voir Annexe 1) :

$$\eta = (1 - R_1)(1 - R_2) e^{-\frac{\alpha d}{\cos\theta}} \left| J_p \left( \frac{2\pi d \Delta n}{\lambda \cos\theta} - i \frac{\Delta\alpha d}{2 \cos\theta} \right) \right|^2$$

où  $R_1$  ( $R_2$ ) : coefficient de réflexion à l'interface d'entrée (sortie) de la structure,

$\alpha$  : coefficient d'absorption dans la structure sans excitation,

$\theta$  : angle d'incidence du faisceau de lecture (sonde),

$d$  : épaisseur du réseau (épaisseur excitée) sous incidence normale,  $d/\cos\theta$  représentant l'épaisseur sondée,

$J_p$  : fonction de Bessel d'ordre  $p$ .

Enfin, lorsque les arguments de la fonction de Bessel sont faibles, la fonction est approximée par :

$$J_p(x) \approx \frac{x^p}{2^p p!}$$

Remarquons que, comme  $x$  est généralement de l'ordre du pour cent, alors  $J_1$  est très supérieur à  $J_2$ , c'est-à-dire que l'énergie se trouve pratiquement dans le premier ordre. Une façon plus pratique de définir l'efficacité de diffraction est donc de prendre le rapport à l'ordre 1 :

$$\eta = \frac{\text{intensité du premier ordre diffracté } (D_1)}{\text{intensité du signal transmis } (T)}$$

En tenant compte de la remarque précédente, on peut alors écrire :

$$\eta_1 \approx J_1^2 \left( \frac{2\pi d \Delta n}{\lambda \cos \theta} \right) \approx \left( \frac{\pi d \Delta n}{\lambda \cos \theta} \right)^2 \text{ si } \left( \frac{2\pi d \Delta n}{\lambda \cos \theta} \right) \gg \left( \frac{\Delta \alpha d}{2 \cos \theta} \right)$$

$$\eta_1 \approx J_1^2 \left( \frac{\Delta \alpha d}{2 \cos \theta} \right) \approx \left( \frac{\Delta \alpha d}{4 \cos \theta} \right)^2 \text{ si } \left( \frac{\Delta \alpha d}{2 \cos \theta} \right) \gg \left( \frac{2\pi d \Delta n}{\lambda \cos \theta} \right)$$

#### 1.4 - Réseaux transitoires dans des structures à base de multipuits quantiques

Dans l'opération de déflexion à l'aide de réseaux diffractants transitoires, nous avons étudié plus particulièrement la cinétique de diffraction et l'énergie lumineuse d'inscription des réseaux. La cinétique et l'efficacité de diffraction se caractérisent par les expériences pompe-sonde décrites au chapitre 4, en régime pulsé picoseconde. Nous allons examiner tout d'abord la façon dont s'inscrivent les réseaux dans une structure à multipuits quantiques.

#### 1.4.1 - Sans utilisation d'un champ électrique ; effet plasma

Dans le cas où aucun champ électrique externe n'est appliqué, on peut créer une variation d'indice et/ou d'absorption entre les franges brillantes et sombres du réseau en photogénération un grand nombre de paires électrons-trous ( $\rho \approx 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ).

Ces porteurs remplissent les états libres dans les premiers niveaux d'énergie du puits et modifient ainsi l'absorption dans les puits (cas 2D). Celle-ci dépend donc de la densité de plasma  $\rho$  :

$$\alpha(h\nu, \rho) = \alpha_0(h\nu) (1 - f_c(\rho) - f_h(\rho))$$

où  $\alpha_0(h\nu)$  est le coefficient d'absorption à faible excitation et  $f_c(\rho)$  et  $f_h(\rho)$  sont les fonctions de Fermi (ou taux d'occupation) des niveaux d'énergie de la bande de conduction et de valence.

Il en résulte une différence d'absorption entre les franges brillantes et les franges sombres créées par les faisceaux d'écriture:

$$\begin{aligned} \Delta\alpha(h\nu, \rho) &= \alpha_{\text{franges brillantes}}(h\nu, \rho) - \alpha_{\text{franges sombres}}(h\nu, \rho) \\ &= -\alpha_0(h\nu) [\Delta f_c(\rho) + \Delta f_h(\rho)] \end{aligned}$$



Remarquons qu'étant donné que le domaine spectral où  $\Delta\alpha$  est non nul est limité au voisinage de la bande interdite, on peut utiliser la formulation de Kramers-Krönig suivante pour estimer la variation d'indice optique  $\Delta n$  correspondante :

$$\Delta n(\lambda) = \frac{1}{2\pi^2} \text{P} \int_0^\infty \frac{\Delta\alpha(\lambda') d\lambda'}{\lambda^2 - \lambda'^2}$$

où P est la partie principale au sens de Cauchy.

Cette formulation est beaucoup plus pratique à utiliser que la relation classique de Kramers-Krönig car il n'est pas nécessaire de connaître la variation de l'absorption sur tout le spectre pour en déduire la variation d'indice optique correspondante, mais seulement sur le domaine où l'absorption varie.

Différentes simulations effectuées par ordinateur sur la base des équations précédentes nous ont permis d'estimer que la variation sur l'indice est de quelques % pour des densités supérieures à  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , et qu'il faut employer des énergies de l'ordre de  $0,1 \text{ mJ/cm}^2$  pour photogénérer de telles densités. Pour un contraste entre franges brillantes et franges sombres égal à 20, et à une longueur d'onde de 843 nm, on trouve par exemple un  $\Delta n$  de 2,2 % à  $0,5 \text{ mJ/cm}^2$ . On admettra par la suite que, dans le cas de l'effet plasma ( $\rho$  proche de  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ),  $\Delta n$  est proportionnel à  $\rho$ .

L'emploi de telles énergies est prohibitif lorsque l'on désire augmenter la fréquence de fonctionnement du dispositif : l'évacuation de l'énergie emmagasinée sous forme calorifique pose des problèmes. Si 100 pixels de  $10^{-6} \text{ cm}^2$  reçoivent une énergie de  $0,1$

mJ/cm<sup>2</sup> à une fréquence  $f = \frac{1}{T}$  de commutation égale à 100 MHz, l'énergie dissipée équivalente en continu approchera

$$E_{\text{dissipée}} \approx N_{\text{pixels}} \frac{\Phi \cdot S}{T} \approx 1W \quad \text{où } N_{\text{pixels}} \text{ est le nombre de pixels}$$

T la période de répétition

S la surface d'un pixel

$\Phi$  énergie lumineuse reçue par un pixel

Ce constat nous conduit à essayer de travailler avec des énergies d'excitation 100 fois plus faibles (de l'ordre du  $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ ) en utilisant d'autres effets que l'effet plasma. Néanmoins, les expériences de type plasma restent intéressantes car elles permettent de qualifier la structure du point de vue de sa qualité optique (diffraction présente à fort niveau d'excitation) et de sa cinétique de diffraction.

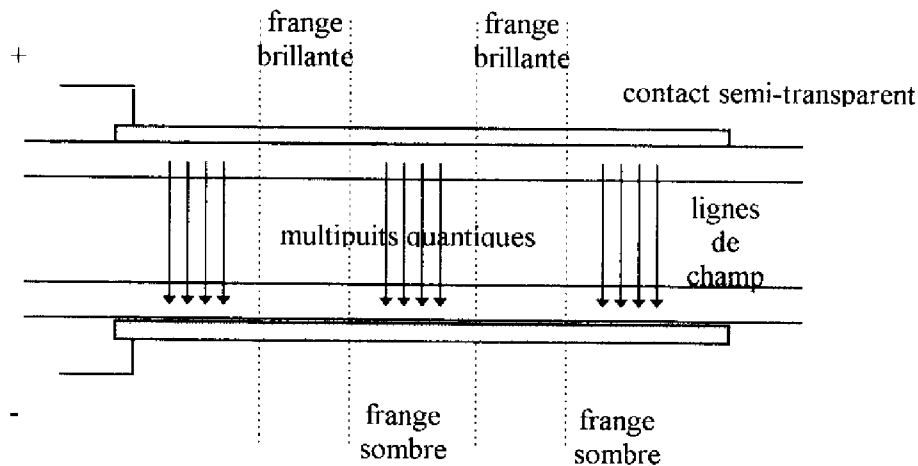
#### ***1.4.2 - En appliquant un champ perpendiculairement aux puits***

La figure 1-9 schématise la géométrie du composant dans le cas où le champ électrique est appliqué perpendiculairement aux couches.

##### ***1.4.2.a - avec transport et piégeage de charges aux interfaces extrêmes***

Le principe est le suivant : un réseau d'interférences (franges sombres/franges brillantes) excite le semiconducteur et entraîne la formation de porteurs dans les franges brillantes. Ces derniers, séparés sous l'effet du champ électrique, dérivent dans des

directions opposées vers les électrodes et créent un contre-champ qui s'oppose au champ externe (phénomène d'écrantage). Les porteurs s'accumulent aux extrémités de la structure, piégés par les défauts du matériau ou par les pièges de surface<sup>1</sup>. L'écrantage n'est pas instantané car c'est l'accumulation progressive de porteurs de charges opposées de part et d'autre de la structure qui produit le contre-champ d'écran. Le temps d'établissement du contre-champ est déterminé par le taux de génération de porteurs et par le temps de capture des porteurs par les centres pièges. Le temps de réponse est de l'ordre de la microseconde.



**Figure 1-9 : Géométrie «champ perpendiculaire aux couches»**

Dans les franges brillantes où le champ est écranté, l'absorption varie par rapport aux franges sombres où le champ est resté inchangé. Il en résulte un réseau d'absorption, basé sur la variation d'absorption par Effet Stark Confiné Quantiquement. Au lieu de l'effet plasma, on utilise ici la modulation de l'absorption par le champ dans un puits quantique.

<sup>1</sup> C'est pourquoi la polarité du champ appliqué est généralement alternée au cours des écritures successives pour ne pas saturer les pièges.

Ces expériences sont généralement réalisées en continu et à faible flux lumineux (1-10  $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ ) [7].

Notons que la variation  $\Delta n$  correspondante à la modulation d'absorption  $\Delta\alpha$  est donnée par la relation de Kramers-Krönig donnée précédemment, les deux variations devant être prises en compte pour l'efficacité de diffraction.

L'un des avantages de cette géométrie est la faible distance inter-électrodes, qui permet d'obtenir des champs élevés avec de faibles tensions. Des variations  $\Delta\alpha$  de  $7000 \text{ cm}^{-1}$  ont été mesurées pour des tensions de 30 V avec des puits de GaAs de largeur  $100 \text{ \AA}$  [8].

#### *1.4.2.b - En régime impulsionnel et avec transport de charges limité*

On peut écranter le champ en séparant les électrons et les trous à l'intérieur des puits, ou sur quelques puits, sans attendre l'accumulation de porteurs dans des zones de piégeage, à condition de photogénérer un nombre de porteurs plus important dans un laps de temps plus court. Le temps de réponse est donc plus court que dans le cas précédent (de l'ordre de 1 à 10 ps). Les principaux phénomènes conditionnant la rapidité de l'écrantage sont l'émission des porteurs hors du puits, et leur dérive sur l'épaisseur de quelques puits qui produit un contre-champ d'écran. Quant au temps de maintien du réseau inscrit, il est déterminé par la durée de vie des porteurs, ou par le temps d'extraction de ces porteurs hors de la structure, ou encore par la diffusion latérale parallèlement aux couches.

Le principal intérêt de l'utilisation d'un champ électrique externe statique de polarisation réside dans la faible énergie requise pour produire les effets mis en jeu (écrantage, effet Stark). Pour écranter les champs électriques de l'ordre de  $3 \cdot 10^4 \text{ V/cm}$  utilisés dans ce travail, on estime que, pour réaliser le contre champ d'écran, il suffit de :

$$E_{\text{ve}} = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{q \cdot \rho_{2D}}{\epsilon_0 \epsilon_r} \Rightarrow \rho_{2D} = \frac{3 \cdot 10^4 \cdot 13 \cdot 8,85 \cdot 10^{14}}{1,6 \cdot 10^{-19}} = 2,2 \cdot 10^{10} \text{ paires/cm}^2$$

En supposant que cette densité est créée sur l'épaisseur d'un puits ( $\approx 100 \text{ \AA}$ , soit  $\rho_{3D} = 2,2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ ), l'énergie requise n'est alors que de :

$$\Phi = \frac{\rho_{3D} \cdot h\nu}{\alpha (1-R)} \approx 0,4 \text{ \mu J / cm}^2$$

en prenant  $\alpha = 10^4 \text{ cm}^{-1}$ ,  $h\nu = 1,5 \text{ eV}$ ,  $R = 0,3$

(1-R) représente les pertes par réflexion du faisceau incident.

Cette énergie est à comparer aux dixièmes de  $\text{mJ/cm}^2$  nécessaire pour obtenir l'effet plasma.

#### 1.4.3 - En appliquant un champ parallèlement aux puits

Les phénomènes physiques mis en jeu dans cette géométrie (Figure1-10) sont proches de ceux que l'on rencontre dans le matériau massif. En effet, le transport se fait principalement dans le sens des couches, les porteurs (électrons, trous) ne sont pas gênés par le franchissement des barrières. L'effet photoréfractif est obtenu par la photogénération dans les franges brillantes suivie de la dérive des charges sous champ électrique vers les franges sombres où elles sont piégées. Cela sous-entend que des défauts ont préalablement été créés dans le semiconducteur, par exemple par bombardement de protons [9]. Ici, les phénomènes de transport sur plusieurs microns induisent des temps de réponse trop longs

pour l'application visée. D'autre part, le grand désavantage de cette géométrie est la grande distance inter-électrodes qui oblige à utiliser des tensions de plusieurs centaines de volts pour obtenir les mêmes effets que dans le cas de la géométrie «champ perpendiculaire aux couches».

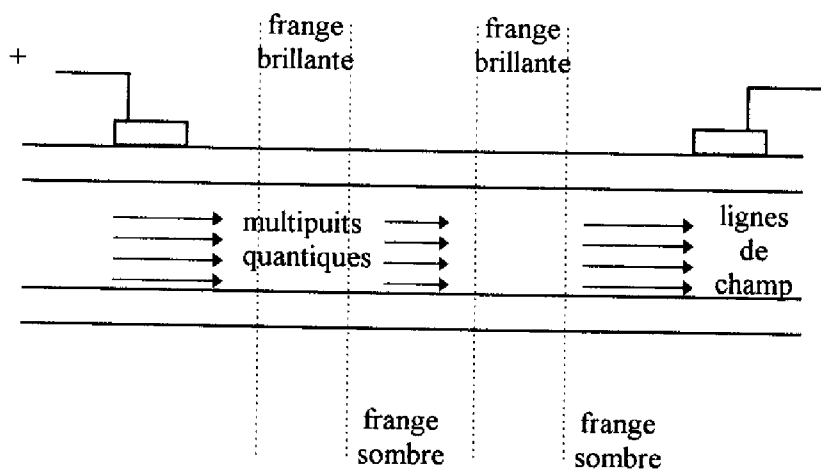


Figure 1-10 : Géométrie «champ parallèle aux couches».

#### 1.4.4 - Choix effectués en vue de l'application visée

Un des objectifs de cette étude est la réalisation de structures photoréfractives fonctionnant en transmission et qui présente une cinétique de diffraction adaptée aux architectures d'adressage. Nous recherchons des temps de réponse subnanoseconde à l'inscription de réseaux de diffraction. Nous avons donc privilégié les expériences de diffraction sans transport de charges ou à transport de charges limité.

Par conséquent, nous avons cherché à inscrire des réseaux de diffraction photoinduits en régime pulsé picoseconde dans un matériau à puits quantiques GaAs/GaAlAs de deux manières différentes :

- par des expériences de type «plasma», à fortes énergies d'excitation (de l'ordre du dixièmes de  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ ), sans utiliser un champ électrique,
- par des expériences de modulation de l'absorption dans les puits en utilisant un champ électrique statique appliqué perpendiculairement aux couches, afin de rechercher à abaisser l'énergie d'excitation aux alentours du  $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ .

### 1.5 - Conclusion

Pour atteindre les objectifs proposés, notre choix s'est porté sur une structure à base de multipuits quantiques GaAs/GaAlAs.

Nous avons ensuite examiné le mode de fonctionnement du composant défecteur. Le choix d'une longueur d'onde unique entraîne l'élimination du substrat de croissance. Cela conduit à se placer dans le régime de diffraction de Raman-Nath que nous avons décrit.

Enfin, les diverses possibilités de photoinduire un réseau diffractant dans une structure à multipuits quantiques ont été envisagées. Les critères de vitesse requis pour les applications de routage (temps de réponse subnanoseconde) nous ont conduit à mener notre étude sur des expériences de type «plasma» et sur des expériences de modulation de l'absorption par l'écrantage du champ électrique appliqué perpendiculairement aux puits.

**Références du chapitre 1**

- 1 G. Bastard  
Wave Mechanics Applied to Semiconductor Heterostructures, Editions de Physique  
(1988)
- 2 D.S.Chemla, D.A.B. Miller, P.W. Smith  
Optical Engineering Vol.24, n°4 (1985), 556
- 3 D.S.Chemla, D.A.B. Miller, P.W. Smith  
Semiconductors and semimetals, Vol.24, Academic Press (1987), 279
- 4 S. Adachi  
Properties of Aluminium Gallium Arsenide, Inspec Publication (Ed. Adachi) (1993), 70
- 5 A.M. Fox, D.A.B. Miller, G. Livescu, J.E. Cunningham, W.Y. Jan  
IEEE Journal of Quantum Electronics, Vol.27, n°10 (1991), 2281
- 6 R. Guenther  
Modern Optics, John Wiley & Sons (1990)
- 7 D.D. Nolte, D.H. Olson, G.E. Doran, W.H. Knox, A.M. Glass  
Journal of Optical Society American B, Vol.7, n°11 (1990), 2217
- 8 A.Partovi, Optical Materials 4 (1995), 330
- 9 A.M. Glass, D.D. Nolte, D.H. Olson, G.E. Doran, D.S. Chemla, W.H. Knox  
Optics Letters, Vol.15, n°5 (1990), 264



ANNEXE 1 : Diffraction en régime de Raman-Nath

Soit un réseau de type  $n = n_0 + n_1 \cos(Kx + \phi)$  (Cf. Fig. 1-8)

où  $n_0$  : indice optique du milieu

$n_1$  : amplitude de la perturbation sinusoïdale introduite

$K$  : vecteur d'onde du réseau =  $\frac{2\pi}{\Lambda}$  où  $\Lambda$  pas du réseau

$\phi$  : déphasage entre le réseau et les franges d'interférences inscrivant le réseau

L'onde transmise, après la traversée du réseau, est atténuée et déphasée par rapport à l'onde incidente :

$$E_T = E_I \exp(i\varphi) \quad \text{avec} \quad \varphi = \left( \frac{2\pi}{\lambda} n + \frac{i}{2} \alpha \right) \frac{d}{\cos\theta}, \quad \text{où} \quad \frac{d}{\cos\theta} \text{ représente l'épaisseur traversée,}$$

$\theta$  l'angle interne :  $\sin\theta = \sin\frac{\theta_I}{n_0}$ , et  $E_T$  le champ électrique de l'onde transmise.

$$\begin{aligned} \Rightarrow E_T &= E_I \exp \left[ i \left( \frac{2\pi n_0 d}{\lambda \cos\theta} + i \frac{\alpha_0 d}{2 \cos\theta} \right) + \left( \frac{2\pi n_1 d}{\lambda \cos\theta} + i \frac{\alpha_1 d}{2 \cos\theta} \right) \cos(Kx + \phi) \right] \\ &= E_I e^{i(\delta_0 + \delta_1 \cos(Kx + \phi))} = E_I e^{i\delta_0} \cdot e^{i\delta_1 \cos(Kx + \phi)} \end{aligned}$$

En utilisant l'identité de Bessel :

$$e^{i\delta_1 \cos(Kx + \phi)} = \sum_{N=-\infty}^{+\infty} J_N(\delta_1) e^{iN \left( Kx + \phi + \frac{\pi}{2} \right)}$$

$$\rightarrow E_T = E_I e^{i\delta_0} \sum_{N=-\infty}^{+\infty} J_N(\delta_1) e^{iN \left( Kx + \phi + \frac{\pi}{2} \right)}$$

$E_D$  (champ diffracté) correspond à la superposition d'ondes de fréquence  $\omega$ , de vecteur d'onde  $(\vec{k}_I - M\vec{K})$ , non nulle pour  $M = N$  :

$$E_D = E_I e^{i\delta_0} e^{iM \left( \phi + \frac{\pi}{2} \right)} J_M(\delta_1) \quad \text{pour l'ordre } M$$

Le rendement de diffraction d'ordre M est alors donnée par :

$$\eta_M = \frac{E_D E_D^*}{E_1 E_1^*} = \underbrace{J_M(\delta_1) J_M(\delta_1^*)}_{e^{\frac{i\delta_0}{\cos\theta}} e^{-i\delta_0}} e^{\frac{-\alpha_0 d}{\cos\theta}}$$

$$\eta_M = e^{-\frac{\alpha_0 d}{\cos\theta}} \left| J_M \left( \frac{2\pi n_1}{\lambda \cos\theta} + i \frac{\alpha_1 d}{2 \cos\theta} \right) \right|^2$$

Lorsque les arguments de la fonction de Bessel sont petits, on peut écrire  $J_M(x) \approx \frac{x^M}{2^M M!}$  ; ainsi le rendement de diffraction pour 1<sup>er</sup> ordre diffracté est :

$$\eta_{\pm 1} = e^{-\frac{\alpha_0 d}{\cos\theta}} \left[ \left( \frac{\pi n_1}{\lambda \cos\theta} \right)^2 + \left( \frac{\alpha_1 L}{4 \cos\theta} \right)^2 \right]$$

Si on tient compte de la réflexion R à la traversée de la structure :

$$\eta_1 = (1 - R)^2 e^{-\frac{\alpha_0 d}{\cos\theta}} \left| J_1 \left( \frac{2\pi n_1}{\lambda \cos\theta} + i \frac{\alpha_1 d}{2 \cos\theta} \right) \right|^2$$



## **Chapitre 2**

### **Elaboration des structures**

Pour élaborer les structures à base de multipuits quantiques que nous venons de décrire, nous avons utilisé l'Épitaxie par Jets Moléculaires (EJM). Nous décrirons tout d'abord le principe et l'intérêt de l'EJM, ainsi que l'ensemble expérimental utilisé. Nous rechercherons les conditions optimales pour la réalisation des multipuits quantiques.

Afin de maîtriser la cinétique des réseaux de diffraction photoinduits, nous avons recherché des matériaux ayant les propriétés désirées pour nos composants. Nous avons ainsi exploré trois voies :

- l'élaboration de structures à base de matériaux GaAs et GaAlAs classiques.
- l'élaboration de structures à base de matériaux non stœchiométriques (élaborés à basse température)
- l'élaboration de structures à base de GaAs et GaAlAs modifiés par bombardement de protons.

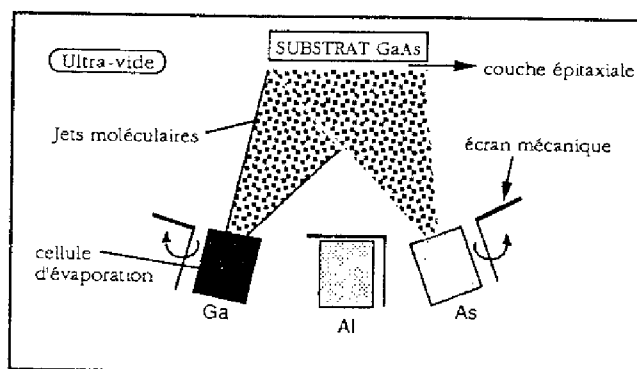
Les deux dernières voies ont été étudiées dans le but de modifier de la durée de vie des porteurs dans les couches élaborées.

## **2.1 - Technique d'Épitaxie par Jets Moléculaires**

### ***2.1.1 - Principe de l'EJM***

L'épitaxie par jets moléculaires (EJM) est basée sur la condensation de flux atomiques ou moléculaires sur un substrat monocristallin porté à une température adaptée, ceci dans des conditions d'ultra-vide (Pression initiale  $< 10^{-10}$  Torr). L'interaction entre les différents flux se produit lors de la condensation à la surface du substrat de croissance [1].

La figure 2-1 présente le principe de l'EJM. Les différents éléments constituant la couche à élaborer (Arsenic, Gallium, Aluminium, Indium) sont contenus dans des cellules d'évaporation portées à des températures prédéterminées (Cf. § 2.2.3). L'incorporation d'une impureté dopante s'effectue par l'utilisation d'une cellule d'évaporation supplémentaire contenant l'élément désiré (Béryllium, Silicium, ...). L'émission des jets moléculaires dans l'enceinte est assuré par l'ouverture ou la fermeture de caches (Figure 2-1).



**Figure 2-1 : Principe de l'EJM**

En ce qui concerne plus particulièrement les composés III-V, l'élément III est évaporé à une température supérieure à celle de l'élément V, le substrat étant chauffé à une température intermédiaire. Ainsi, lors de sa condensation sur la surface du substrat, l'élément III se combine à l'élément V, donnant naissance au composé III-V.

### **2.1.2 - Intérêt de l'EJM**

L'EJM est bien adaptée à la croissance de couches minces monocristallines. En effet, elle permet d'obtenir des vitesses de croissance faibles, comprises entre 0,1 et 1  $\mu\text{m}/\text{heure}$ . De plus, la température à laquelle est porté le substrat (entre 450°C et 600°C pour une épitaxie de GaAs stœchiométrique) est plus faible que pour les autres techniques d'épitaxie, ce qui permet de limiter les phénomènes d'interdiffusion aux interfaces. Par conséquent, cette technique permet des changements de composition et/ou de dopage abrupts par simple mouvement des caches placés devant les cellules des espèces à évaporer. L'EJM est donc particulièrement adaptée à la réalisation de nos structures, à base de multipuits quantiques GaAs/GaAlAs.

### ***2.1.3 - Description du système d'épitaxie***

La figure 2-2 montre un plan général du bâti EJM du laboratoire. Il est composé de 4 grands modules.

- le sas d'introduction, dans lequel sont placés les substrats après leur préparation, sous flux d'azote, à pression atmosphérique. Une pompe turbomoléculaire permet d'y obtenir un vide primaire ( $\sim 10^{-4}$  Torr) ;

- la chambre d'introduction, qui est sous vide primaire ( $10^{-5}$  Torr) lors du transfert du molybloc ; lorsqu'elle est isolée du sas d'introduction, on peut y atteindre un vide secondaire de l'ordre de  $10^{-9}$  Torr ;

- la chambre de transfert, intermédiaire entre la chambre d'introduction et la chambre de croissance. Les substrats peuvent y être stockés sous ultravide ( $10^{-10}$  Torr). Cette chambre est équipée d'un spectromètre d'électrons Auger qui permet l'analyse chimique des surfaces ;

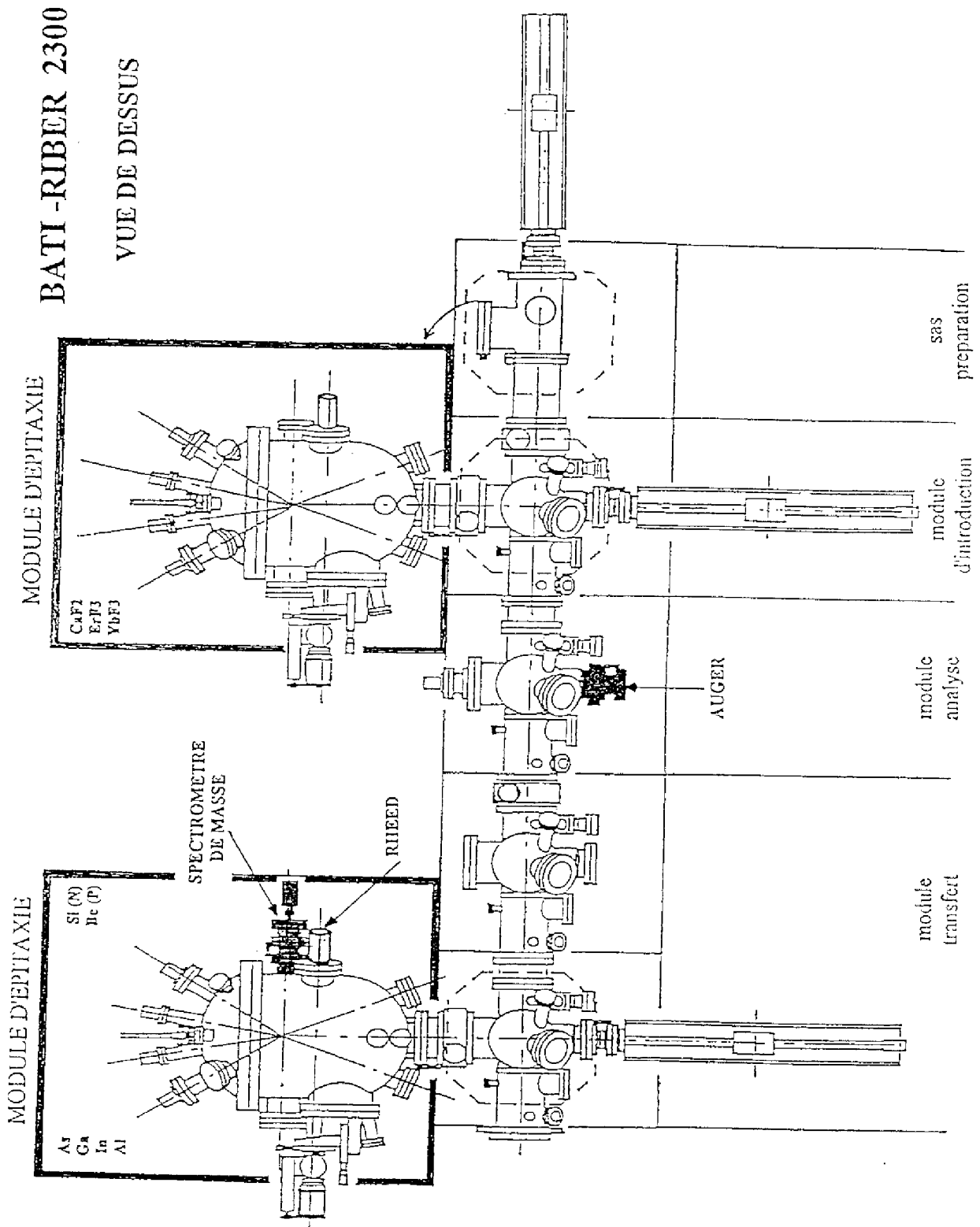


Figure 2-2 : Schéma du bâti d'épitaxie par jets moléculaires



- la chambre de croissance où se déroule l'épitaixie. La qualité du vide y est primordiale. Elle est maintenue sous ultravide (quelques  $10^{-11}$  Torr) par l'action complémentaire du refroidissement des panneaux par une circulation d'azote liquide, d'une pompe ionique et d'un sublimateur de titane.

Dans cette chambre se trouvent :

- les cellules d'évaporation ayant des caches manipulables de l'extérieur. Ces cellules contiennent dans des creusets des éléments III (Al, Ga, In) et V (As), ainsi que les dopants (Silicium pour dopage n / Béryllium pour dopage p) ;

- le porte-substrat monté sur un manipulateur et animé d'un mouvement de rotation autour d'un axe perpendiculaire au substrat afin d'assurer l'uniformité des dépôts ;

- des moyens d'analyse : un spectromètre de masse pour le contrôle de la qualité du vide, un diffracteur d'électrons de haute énergie en incidence rasante (RHEED) pour le contrôle de la cristallinité des dépôts et de l'ordre atomique des surfaces. La pression est mesurée au moyen de jauges à ionisation type Bayard Alpert. L'une d'elles, qui peut être placée en face des cellules, mesure le flux à la sortie des cellules en dehors de la croissance. L'autre, placée hors de portée des cellules, nous renseigne sur la pression dans le bâti (P<sub>bâti</sub>).

## 2.2 - Conditions de croissance

### 2.2.1 - Influence des flux, conditions de flux

Les atomes ou molécules constituant les flux sont issus de cellules d'évaporation proches des cellules d'effusion moléculaire de Kundsen. On exprime le nombre d'atomes ou

de molécules arrivant par unité de surface et de temps sur un substrat placé à une distance  $h$  dans l'axe de la cellule et perpendiculaire à ce dernier par :

$$J = 1,118.10^{22} \frac{P.A}{h^2 (MT)^{1/2}} \text{ molécules cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$$

où  $A$  : aire de l'ouverture du creuset

$T$  : température de la cellule

$h$  : distance cellule-substrat

$P$  : pression de vapeur de gaz en Torr à la température  $T$

$M$  : masse moléculaire de l'élément dans la cellule

Par une régulation précise de la température, on peut obtenir le flux désiré à la surface du substrat. Pour les III-V que nous avons utilisés dans ce travail, l'espèce III (Gallium) est atomique et a un coefficient de collage de 1 à la surface du substrat GaAs. Par contre, l'espèce V (Arsenic) provient d'une source solide et se présente essentiellement sous forme de tétramères  $As_4$ . La décomposition des molécules d' $As_4$  et donc l'incorporation d'Arsenic dans la couche ne peuvent intervenir que si les espèces III sont également présentes à la surface. Dans ce cas, le coefficient de collage de l'arsenic est de 0,5 au maximum dans les conditions usuelles.

Par conséquent, ce sont les éléments III qui fixent la vitesse de croissance et le rapport des flux V/III doit être supérieur à 2 (l'arsenic en excès se réévapore).

### ***2.2.2 - Préparation des substrats***

Les substrats utilisés pour cette étude sont fournis «prêts à l'épitanie». Préalablement à leur introduction dans le système ultravide, ils subissent un dégraissage suivant le cycle trichloréthane chaud, acétone chaud et rinçage eau désionisée puis une désoxydation à l'acide chlorhydrique. Ils sont ensuite positionnés sur leur support en molybdène. Ces supports, appelés «molyblocs», sont évidés au centre, prévus pour permettre un blocage mécanique de plaquettes entières de diamètre de 2'' sans collage indium ; ces porte-substrats sont également utilisés pour les échantillons plus petits, en collant ces derniers à l'indium sur des plaquettes de silicium ou de GaAs intermédiaires.

Les substrats montés sur leur molybloc sont ensuite oxydés et décontaminés sous rayonnement ultraviolet en présence d'ozone (UV-O<sub>3</sub>). Cette phase de préparation simple à mettre en œuvre, mise au point dans l'équipe [2], vise à l'obtention reproductible de surfaces propres favorables à l'épitanie. Le temps d'exposition UV-O<sub>3</sub> (15 mn) a été optimisé pour permettre une décontamination complète du carbone à la surface tout en limitant l'épaisseur de la couche d'oxyde formé à 3 nm environ.

Après préparation, les substrats sont introduits dans le système ultravide. Avant épitanie, l'oxyde protecteur est désorbé thermiquement. Pour cela, les substrats sont chauffés progressivement, sous contrôle RHEED, jusqu'à la température de désorption de l'oxyde, 615°C. Cette température de désorption, mesurée par pyrométrie, est supérieure à celle trouvée pour les oxydes chimiques (575°C). La différence est liée à une épaisseur plus grande des oxydes UV-O<sub>3</sub>.

### *2.2.3 - Température d'épitanie*

Pour l'obtention d'un monocristal de qualité, on a intérêt à travailler à des températures d'épitaxie élevées. En effet, la température du substrat a une influence sur la mobilité des éléments III et sur le temps de résidence des espèces V. L'emploi de températures d'épitaxie élevées favorise la mobilité des espèces et diminue la contamination des couches en croissance. Afin de favoriser l'incorporation des espèces, la vitesse de croissance de GaAs sera donc choisie faible ( $0,1 \mu\text{m/h}$ ) si la température de croissance est de  $450^\circ\text{C}$ , mais pourra être plus élevée si la température de croissance est égale à  $600^\circ\text{C}$  (généralement  $1 \mu\text{m/h}$ ).

D'autre part,

- dans le cas d'un composé binaire (cas du GaAs) la température de croissance doit rester inférieure à la température congruente  $T_c$  du composé élaboré ( $630^\circ\text{C}$  pour le GaAs). On peut choisir des températures allant de  $550$  à  $630^\circ\text{C}$  pour l'épitaxie de GaAs.
- dans le cas d'un composé ternaire, le choix de la température est plus complexe. Pour  $(\text{Ga,Al})\text{As}$ , les températures utilisées sont généralement comprises entre  $600$  et  $620^\circ\text{C}$  ou  $680$  et  $720^\circ\text{C}$ , cette dernière gamme étant utilisée pour l'élaboration de diodes lasers.

Dans notre cas, la température d'épitaxie a été fixée à  $600^\circ\text{C}$ . Cette température est inférieure aux températures d'évaporation congruente des deux binaires en jeu GaAs et AlAs. Pour cette température, on peut négliger l'évaporation des espèces III dont l'incorporation se fait alors entièrement, et elle conduit de plus à l'obtention de surfaces lisses. La valeur de la température ( $600^\circ\text{C}$ ), mesurée par pyrométrie, est garantie par la reproductibilité de la température de la désorption préliminaire de l'oxyde toute proche

(615°C). La mesure des températures de désorption des oxydes chimiques (575°C) et UV-O<sub>3</sub> (615°C), permet d'effectuer un contrôle supplémentaire du pyromètre. Notons que celui-ci ne permet pas de mesurer des températures inférieures à 400°C.

#### ***2.2.4 - Uniformité des couches***

Deux bâtis d'épitaxie ont été utilisés pour la réalisation des structures à multipuits quantiques. Dans le premier, les axes des cellules convergent vers le centre du molybloc en position dite «nominale» ou standard. Cette géométrie permet d'obtenir une uniformité de l'ordre de 1 % sur 20 mm à partir du centre du substrat, à condition que ce dernier soit maintenu en rotation pendant la croissance.

On peut encore améliorer cette situation en tournant le porte-substrat de 21° par rapport à sa position standard. Cette position dite «optimale» permet d'obtenir une meilleure uniformité (mesurée de 1,3 % sur un rayon de 35 mm par l'équipe). Cette configuration a été utilisée dans le deuxième bâti, installé en Septembre 1994 au laboratoire. Dans ce nouveau bâti ont été mis au point la croissance à basse température (300-400°C) et les structures dont la partie active intégrait ce matériau.

#### ***2.2.5 - Diffraction d'électrons de haute énergie en incidence rasante (RHEED)***

L'emploi de l'ultra-vidé autorise l'utilisation d'analyses in situ telle que le RHEED en incidence rasante que nous utilisons comme méthode de calibrage des conditions de croissance en temps réel, très efficace pour les couches minces ( $d \sim 10$  nm).

### 2.2.5 a - Principe

Son principe consiste à faire interagir sur la surface à analyser un faisceau d'électrons monoénergétiques (10 keV) sous incidente rasante (angle  $< 3^\circ$ ). Les électrons après interaction avec la surface sont recueillis sur un écran fluorescent. Dans les conditions utilisées, la profondeur de pénétration des électrons est faible et donc la diffraction n'a lieu que sur les premières couches atomiques, rendant compte de l'ordre de la couche en croissance et de la structure de surface.

### 2.2.5 b - Caractéristiques

Sur l'écran fluorescent, on observe la surface, identifiée par son ombre. Les électrons qui sont simplement réfléchis par la surface forment la tache spéculaire. Ceux qui sont diffractés donnent lieu à la formation de lignes perpendiculaires à la surface (Figure 2-3).

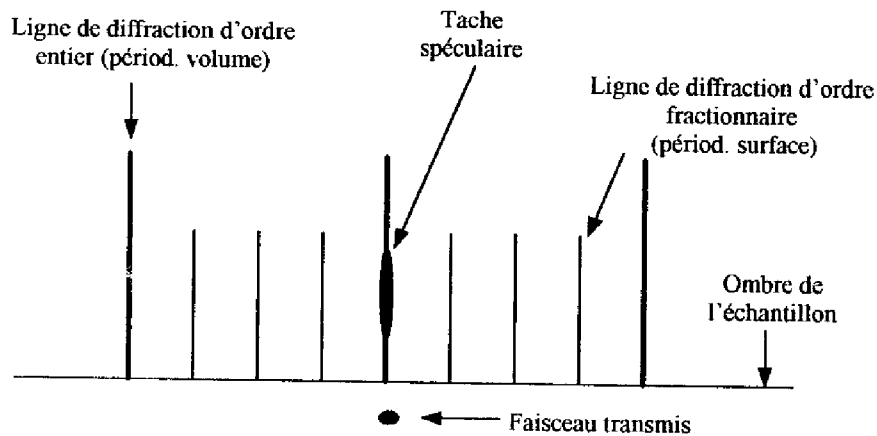


Figure 2-3 : Schéma du diagramme RHEED

L'analyse du diagramme de diffraction d'une surface permet la caractérisation de la cristallinité en surface de la couche (mono, polycristalline ou amorphe), de l'état (rugosité)

et de l'ordre de surface (reconstruction  $(2 \times 4)_{As}$  dans notre cas (surface  $\{100\}$ )). Elle est aussi un bon moyen pour déterminer le type de croissance (2D, 3D, ...).

L'analyse de l'intensité de la tâche spéculaire donne des informations complémentaires sur la rugosité et la vitesse de croissance. Nous avons utilisé cette dernière analyse pour optimiser les conditions d'élaboration des couches de GaAs et GaAlAs des structures à multipuits quantiques.

### *2.2.5 c - Optimisation des conditions de croissance à partir de l'intensité de la tâche spéculaire*

L'intensité du diagramme et plus particulièrement celle de la tâche spéculaire va fournir des informations sur la morphologie de la surface. L'intensité de la tâche spéculaire est en effet liée à la réflectivité de la surface et donc à sa rugosité. Cette tâche est pratiquement inexistante dans le cas d'une surface rugueuse. Plus la tâche est intense, plus la surface est lisse.

Au début de la croissance, les premiers îlots bidimensionnels qui se forment entraînent une baisse de la réflectivité de la surface jusqu'à ce que le recouvrement atteigne la moitié de la surface. La réflectivité atteint alors un minimum puis augmente de nouveau jusqu'à une valeur maximale correspondant au remplissage d'une monocouche. Neave et al. [3] ont associé à chaque oscillation le dépôt d'une monocouche de GaAs. Ces variations d'intensité dépendent de la réflectivité de la surface liée à une évolution de la rugosité de surface au cours du dépôt de chaque monocouche. Au cours de la croissance, une diminution progressive du maximum est observée car une monocouche peut commencer à se remplir alors que la précédente n'est pas terminée. Au fur et à mesure que la croissance s'effectue, ce dernier mécanisme devient prépondérant et la rugosité de surface en

croissance devient stable : l'intensité de la tâche spéculaire ne possède alors plus d'oscillations et atteint une valeur moyenne. Après arrêt de la croissance, la planéité est retrouvée. L'intensité de la tâche spéculaire récupère alors son intensité maximale initiale.

### *2.2.5 d - Influence des interruptions de croissance*

La cinétique de récupération de l'intensité de croissance initiale est en fait régie par la cinétique de diffusion surfacique des éléments III. Elle dépend donc de la température et du flux d'arsenic incident à la surface [4]. Plus la température est élevée et le flux d'élément V faible, plus la récupération d'intensité est rapide. La nature des éléments III présents en surface influe également sur la cinétique de récupération : la récupération de GaAlAs est plus lente que celle de GaAs [4]. Ceci s'explique par la différence de mobilité existant entre les éléments Ga et Al en surface. La mobilité de Al étant plus faible que celle de Ga, le lissage de la surface demande plus de temps.

La pratique d'interruptions de croissance après l'épitaxie de chacune des couches composant la structure est un processus efficace pour minimiser la rugosité des interfaces des structures GaAs/GaAlAs. Nous avons utilisé cette technique pour optimiser la planéité des interfaces lors de la réalisation de nos structures à multipuits quantiques.

## **2.3 - Elaboration des structures à multipuits quantiques**

### *2.3.1 - Valeurs des paramètres optimisés*



La température de la cellule de Ga étant fixée, trois séries de mesures d'oscillations ont été effectuées dans des conditions proches de celles choisies pour élaborer nos structures.

Nous avons pu ainsi fixer avec précision la température de la cellule d'Al pour obtenir une composition d'alliage égale à 0,3. Ces mesures ont également permis d'affiner la température de la cellule d'As et par là même le flux d'As conduisant à une croissance optimale des couches de GaAs et GaAlAs. Enfin, pour minimiser la rugosité aux interfaces GaAs-GaAlAs et GaAlAs-GaAs, nous avons déterminé la durée de lissage, c'est-à-dire les interruptions de croissance à pratiquer après le dépôt de chaque couche composant le multipuits.

Ainsi, les conditions les plus favorables obtenues pour l'épitaxie des structures à multipuits quantiques pour une température de substrat de 600°C sont : 0,74  $\mu\text{m/h}$  pour la vitesse de croissance du GaAs, 1,06  $\mu\text{m/h}$  pour celle du  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  ( $x=0,3$ ). Les interruptions de croissance ont été de 30 s après les couches de GaAs et de 60 s après celles de  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$ .

### 2.3.2 - Structures élaborées

Les structures que nous avons retenues pour notre étude (Cf. chapitre 1 §1.2.2) sont constituées d'une couche tampon de 500 nm de GaAs, d'une couche de AlAs de 50 nm servant de marqueur pour les techniques de report (Cf. chapitre 3) suivie de la couche active composée de 80 puits de 9,6 nm de GaAs et de barrières en  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  d'épaisseur 13 nm, entourée de 200 nm de  $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$  de chaque côté ( $x=0,3$ ). L'observation au

microscope optique de la structure montre une surface lisse et sans défauts, confirmant le choix des paramètres de croissance (figure 2-4).



**Figure 2-4 : Photographie de la surface de l'épitaxie de la structure à multipuits quantiques (G: x 50)**

La cinétique d'un réseau de diffraction photoinduit dans les composants photoniques à base de multipuits quantiques est modulable en modifiant la durée de vie des porteurs, par exemple par l'introduction de défauts dans le semiconducteur. Aussi avons nous exploré les modifications induites par l'utilisation de matériaux élaborés à basse température et par le bombardement de protons (ou protonage).

L'élaboration des matériaux basse température, étude récente dans notre équipe, a nécessité la maîtrise des paramètres de croissance afin d'obtenir les caractéristiques désirées pour nos structures.

Le protonage, technique bien connue, est relativement facile de mise en œuvre. L'étude s'est ici basée sur la modélisation conduisant à la détermination des différents paramètres (énergies d'implantation, doses) permettant la réalisation d'un profil de défauts homogène dans toute la structure.

## **2.4 - Croissance de GaAs non stœchiométrique (basse température)**

Les premiers chercheurs à montrer l'intérêt de la croissance à basse température (B.T.) ont été A.R. Calawa et F.W. Smith du Lincoln Laboratory [5]. Les couches de GaAs élaborées à des températures de croissance allant de 200 à 400°C ont montré des propriétés intéressantes (résistivité, durée de vie) et ont rapidement donné lieu à des applications. On peut citer parmi elles les couches tampon pour l'isolation électrique dans les circuits intégrés [5-7], les interrupteurs ultrarapides [8,9], les photodétecteurs pour les grandes longueurs d'onde [10].

#### ***2.4.1 - Caractéristiques structurales du matériau***

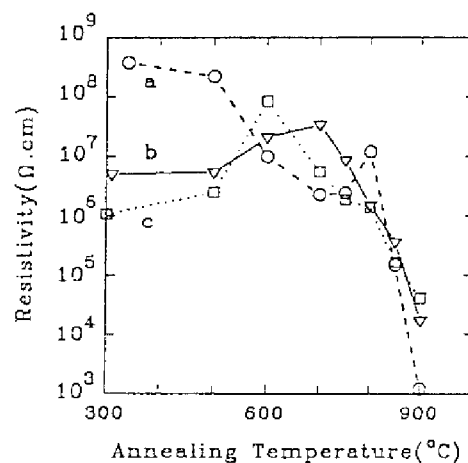
En effectuant la croissance de GaAs ou de GaAlAs à basse température, on rend le matériau non stœchiométrique, en incorporant de l'arsenic en excès. L'arsenic est dilué dans le réseau cristallin, se plaçant en site interstitiel. Il en résulte une augmentation du paramètre de maille qui peut atteindre 1,5 % [11]. Cependant, le matériau reste monocristallin. Ce n'est qu'au delà d'une certaine épaisseur dite « critique » que de nombreux défauts apparaissent et que la couche épitaxiée n'est plus parfaitement monocristalline [12]. L'apparition de ces défauts a pour origine la relaxation locale des contraintes générées par le désaccord de maille entre la couche et la substrat.

Ce matériau métastable doit être stabilisé par un recuit thermique. Le recuit thermique (minimum 400°C) lui donne donc ses propriétés définitives.

#### ***2.4.2 - Caractéristiques après recuit***

Lors du recuit, les atomes d'arsenic en excès dans le réseau cristallin se regroupent pour former des précipités. Ces précipités absorbent une partie des atomes d'arsenic en excès, réduisant ainsi la densité de défauts. Le recuit relaxe le paramètre de maille, qui retrouve pratiquement sa valeur normale [14]. Le matériau redevient alors d'une haute qualité cristalline. La présence des microprécipités lui confère une très faible durée de vie et une grande résistivité. La densité de porteurs libres est faible, mais la mobilité de ces derniers est acceptable (de l'ordre de 200 cm<sup>2</sup>/Vs pour une température de croissance de 200°C suivie d'un recuit à 600°C).

Deux modèles ont principalement été avancés pour expliquer ce comportement résistif : le modèle des défauts, et le modèle des barrières Schottky enterrées. Le modèle des défauts [16,17] suppose que les défauts de type  $As_{Ga}$  remontent le niveau de Fermi à la moitié de la bande interdite. Une grande partie de ces défauts se comporterait comme les défauts de type EL2 présents dans le GaAs dopé chrome. Le modèle des barrières Schottky enterrées [18,19] est basé sur la présence de microprécipités d'arsenic qui formeraient des barrières Schottky vis-à-vis du réseau GaAs. Ces précipités seraient entourés de régions de déplétion analogues à celles des interfaces métal/GaAs. La figure 2-5 montre l'évolution de la résistivité du matériau en fonction des températures de croissance et de recuit [15].

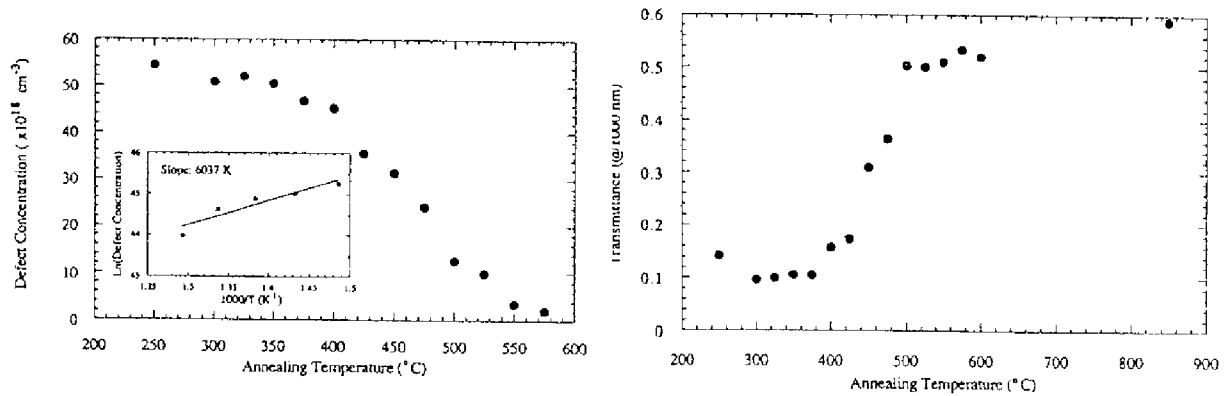


**Figure 2-5 : Evolution de la résistivité en fonction de la température de recuit pour différentes températures de croissance (a : 340°C; b : 310°C; c : 300°C)**

Au regard de l'évolution de la résistivité en fonction de la température de recuit, on constate qu'aucun des deux modèles ne peut expliquer à lui seul le comportement électrique

du matériau. Par contre, la contribution des deux modèles peut servir à expliquer le comportement global [15]. Aux faibles températures de recuit, la résistivité est liée à l'excès d'As introduit en interstitiel dans le matériau, donc à la température de croissance : les précipités sont peu nombreux, c'est le modèle des défauts qui prédomine. Lorsque la température de recuit augmente, la densité de défauts ponctuels diminue et des microprécipités regroupant des atomes d'As se forment. Pour des températures de recuit intermédiaires, la résistivité augmente, ce qui va à l'encontre du modèle des défauts : les précipités deviennent suffisamment nombreux pour déléter une partie non négligeable du matériau, ce qui accroît la résistivité ; le modèle des barrières Schottky devient valide. La résistivité atteint un maximum aux températures de recuit où les précipités sont en densité suffisante (dans les trois cas a,b,c), pour que le recouvrement des zones déléterées soit maximum. Enfin, aux plus fortes températures de recuits, la plus grande partie des précipités s'étant formée, la résistivité baisse à nouveau, suivant le processus de réduction -efficace à ces températures- des défauts dans le matériau. En résumé, le modèle des barrières Schottky enterrées devient plus valide que le modèle des défauts lorsque les microprécipités d'arsenic se sont formés en quantité suffisante.

Il est très important de noter que la réduction des défauts avec la température de recuit (Figure 2-6a) s'accompagne d'un recouvrement satisfaisant de la transmittance du matériau (Figure 2-6b) [20]. A 600°C, la transmittance est à peine plus faible qu'à 900°C, température de recuit pour laquelle le matériau est quasiment guéri. Nos recuits s'effectuant généralement à 600°C, la transmittance de nos structures réalisées en matériau B.T. ne sera donc pas trop diminuée et les études en transmission seront encore possibles.



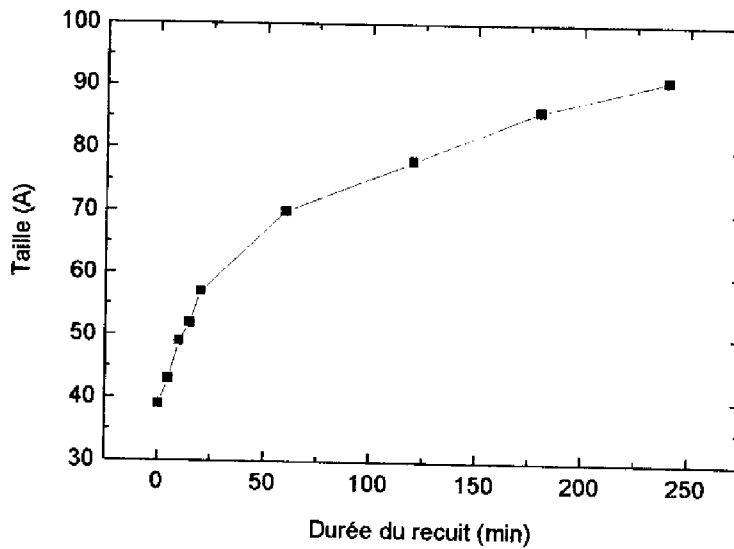
**Figure 2-6 : a) Réduction des défauts avec le recuit  
b) Recouvrement de la transmittivité du matériau avec le recuit**

La durée de vie des porteurs dans un tel matériau conditionne nombre de paramètres physiques, notamment lorsque l'on travaille comme c'est notre cas en régime pulsé.

#### 2.4.3 - Influence des paramètres de croissance et de recuit sur la durée de vie

De nombreuses études ont montré que la taille et la densité des microprécipités dans les couches B.T. dépendaient à la fois des paramètres de la croissance (température de croissance [21], rapport de flux) et des paramètres du recuit (température du recuit, durée du recuit). La figure 2-7, obtenue d'après les mesures de Mahadev et al. [22], illustre la dépendance de la taille des précipités vis-à-vis de la durée du recuit pour une température de croissance de 225°C et une température de recuit de 600°C. On observe le même type de comportement lorsqu'on augmente la température de recuit pour une durée donnée [23].

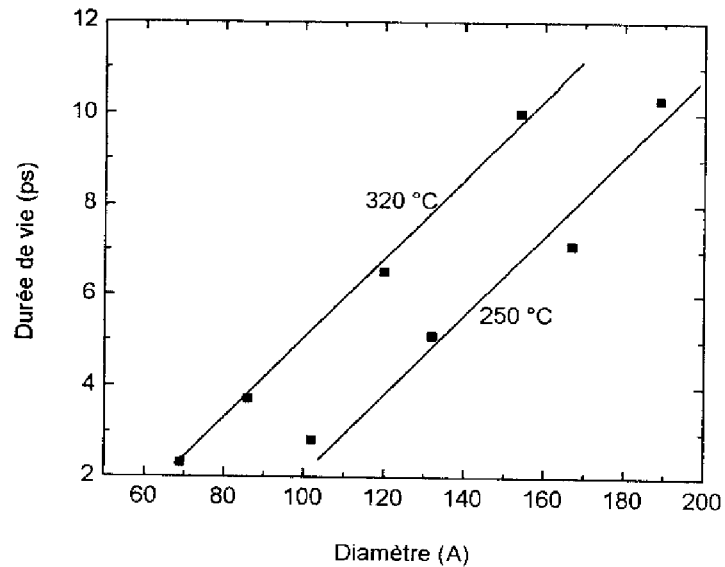
Ces résultats montrent qu'au cours de la montée en température, les petits précipités se dissolvent au profit des plus gros («Ostwald ripening»).



**Figure 2-7 : Evolution de la taille des précipités en fonction de la durée du recuit pour une température de recuit de 600°C**

Harmon et al. [24] ont mesuré la durée de vie dans des couches basse température de GaAs par la technique de la transmission différentielle résolue en temps. La figure 2-8, déduite des résultats de Harmon, illustre la dépendance quasi-linéaire de la durée de vie en fonction du diamètre des microprécipités d'arsenic pour deux températures de croissance.





**Figure 2-8 : Durée de vie en fonction du diamètre des précipités pour une température de croissance de 250°C et de 320°C pour un rapport de flux de  $\frac{As}{Ga} = 20$**

Ces résultats montrent que, pour une même taille de précipité, la durée de vie est supérieure pour une croissance effectuée à 320°C. Elle dépend donc non seulement de la taille des précipités mais aussi de leur densité (l'excès d'arsenic introduit étant plus important pour la croissance à 250°C). Les microprécipités seront plus nombreux et pour un même diamètre, la durée de vie sera plus faible.

On peut résumer l'ensemble des paramètres influant sur la taille des précipités (cas de recuits inférieurs à 600°C), la densité des précipités et sur la durée de vie dans le tableau 2-1, pour un rapport de flux de 20.

L'ensemble de ces données nous sera utile pour ajuster paramètres de croissance et /ou de recuit pour ajuster la durée de vie dans le présent travail ou pour adapter le matériau B.T. à de nouvelles applications.

|                   | Densité des microprécipités après recuit | Taille des microprécipités après recuit | Durée de vie après recuit |
|-------------------|--|---|---------------------------|
| T° croissance ↘   | ↗<br>[21]                                | ↗<br>[21]                               | ↘<br>[24] Fig.2-8         |
| T° recuit ↗       | ↘<br>[23],                               | ↗<br>[23],                              | ↗<br>[24] Fig.2-8         |
| Durée du recuit ↗ | ↘  | ↗<br>[22], Fig.2-7                      | ↗<br>[24] Fig.2-8         |

**Tableau 2-1 : Dépendance de la durée de vie vis-à-vis des paramètres de croissance et de recuit**

#### 2.4.4 - Réalisations et caractérisations

##### 2.4.4.a - Epitaxies réalisées

Pour que la formation de réseaux transitoires soit possible en régime picoseconde (Cf. chapitre 4), la durée de vie des porteurs dans les structures étudiées doit être bien supérieure à la durée de l'impulsion d'écriture (20 ps). Ainsi, l'inscription du réseau diffractant est effective.

Nous avons choisi d'après la littérature [25], une température d'épitaxie de 400°C conduisant à des durées de vie de l'ordre de 80 ps. En choisissant cette température, située à l'extrémité supérieure de la gamme habituelle d'élaboration des matériaux B.T., nous nous attendons à obtenir un matériau plus proche du matériau GaAs élaboré à 600°C.

Nous avons donc élaboré des couches de 1  $\mu\text{m}$  de GaAs à 400°C, pour deux rapports de flux As/Ga différents : le premier égal à 20 (épitaxies E28, E29), le second à 40 (épitaxies E31, E41). L'observation au microscope optique montre la bonne morphologie des couches réalisées. A cette température, l'épaisseur critique est très supérieure à 1  $\mu\text{m}$  [13]. Le problème de la croissance de toute ou partie de notre structure en basse température ne se pose donc pas.

Après la croissance, nous avons effectué sur ces couches des recuits à 600°C. Les recuits les plus courts (10 s à 20 mn) ont été réalisés dans un four de recuit avec encapsulation des échantillons, les plus longs (1h30 et 3h) dans le bâti EJM sous pression d'Arsenic afin de ne pas dégrader la morphologie des couches.

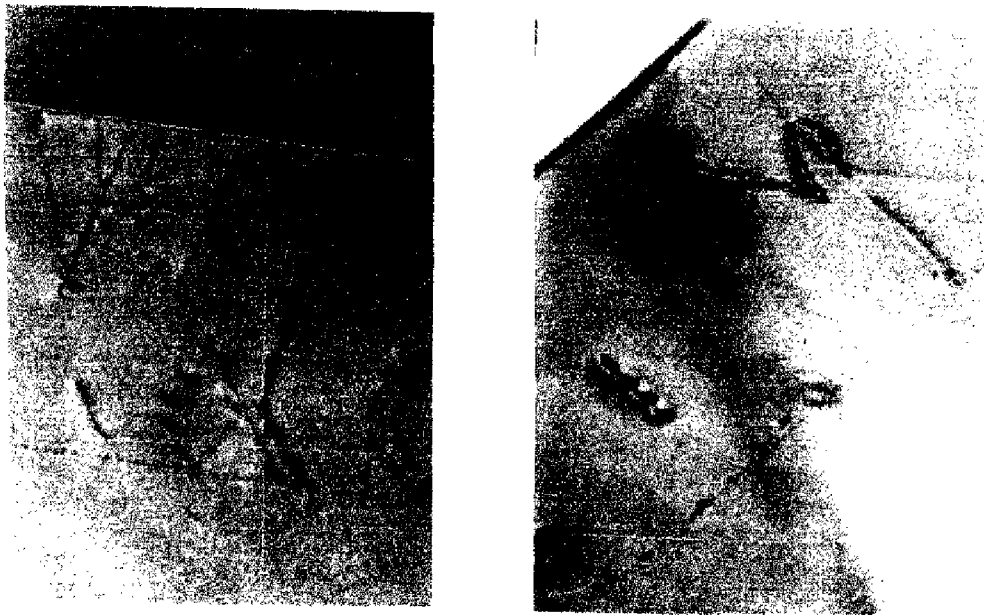
#### *2.4.4.b - Etude au microscope électronique à transmission (MET) et en diffraction de rayons X*

Nous avons étudié les propriétés structurales des couches précédentes recuites à 600°C pour des durées allant de 5mn à 1h30 par microscopie électronique à transmission (MET) et par diffraction de rayons X (mesures effectuées au CEMES-LOE Toulouse par A. Claverie).

L'étude au MET a révélé que la qualité cristalline est meilleure pour un rapport de flux égal à 20 et qu'aucune des couches élaborées à 400°C ne contient de précipités

décelables. On observe cependant des défauts, dislocations et macles, qui se propagent dans la couche à partir de l'interface couche/substrat (Figure 2-10a)

Le traitement thermique a tendance à diminuer la densité de défauts (Figure 2-10b), mais ceux-ci subsistent, même dans le cas du recuit le plus long (1h30). Les défauts restants sont principalement des fautes d'empilement.



**Figure 2-10 : Photographie MET de l'épitaxie E29  
a) recuit de 5 min ; b) recuit de 20 min (G : x 40000)**

Notons que la modification du paramètre de maille entre le GaAs B.T. avant recuit et le GaAs du substrat n'est pas décelable par diffraction de rayons X. En effet, plus la température du substrat est élevée, plus le temps de résidence est court, et moins l'arsenic s'incorpore lors de la croissance. A 400°C, l'arsenic étant très dilué dans la couche, on se

rapproche de la croissance stœchiométrique. Ces résultats corroborent ceux obtenus par MET : les précipités ne sont pas décelables.

Ainsi, les propriétés du matériau GaAs élaboré à 400°C sont différentes de celles du matériau élaboré à 200°C.

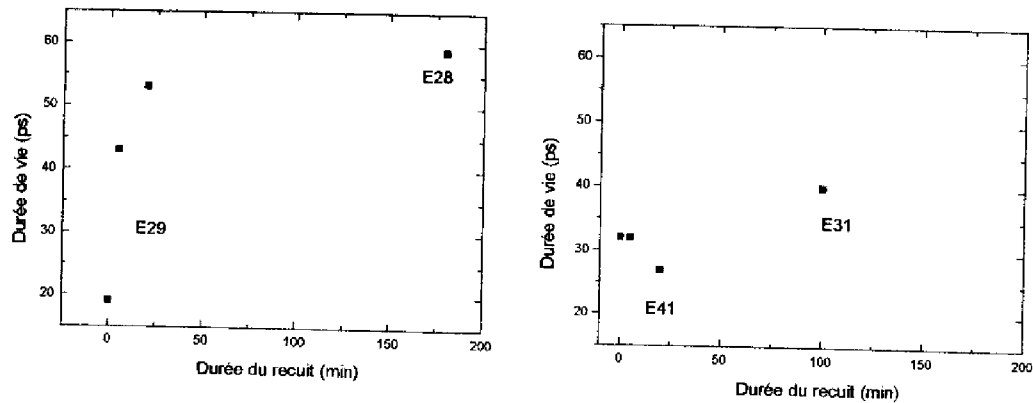
#### *2.4.4.c - Caractérisation de la durée de vie par photoluminescence résolue en temps*

Nous avons mesuré la durée de vie dans les couches précédentes par photoluminescence résolue en temps, la température de recuit étant de 600°C.

Le laser Ti:Saphir utilisé pour l'excitation produit des impulsions de 2 ps. L'émission de photoluminescence est collimatée et focalisée sur la cathode d'une caméra ayant une résolution de 5 ps. La longueur d'onde d'excitation est de 760 nm.

Les durées de vie sont déduites en extrapolant la décroissance de la photoluminescence par  $e^{-(t/\tau)}$  ou  $\tau$  est la durée de vie des porteurs. Nous avons reporté figure 2-11 les mesures de durée de vie obtenues pour une puissance d'excitation de 2 mW.

La figure 2-11a (rapport de flux de 20) montre que la durée de vie en fonction de la durée du recuit croît rapidement pour de courtes durées de recuit. La durée de vie tend à se stabiliser au delà d'une heure de recuit, qui est une durée raisonnable. L'évolution obtenue est conforme aux comportements du matériau basse température abordés lors des paragraphes précédents : la durée de vie augmente lorsqu'on augmente la durée de recuit. Par contre, en ce qui concerne les couches élaborées avec un rapport de flux de 40 (Figure 2-11 b), le comportement est difficilement explicable.



**Figure 2-11 : Mesures de durée de vie en fonction de la durée du recuit  
a) épitaxies 29 et 28 (rapport de flux=20) ; b) épitaxies 31 et 41 (rapport de flux=40)**

Nous avons donc choisi d'utiliser un rapport de flux de 20, conformément aux résultats obtenus par MET.

#### **2.4.5 - Réalisation d'une structure à base de matériau B.T.**

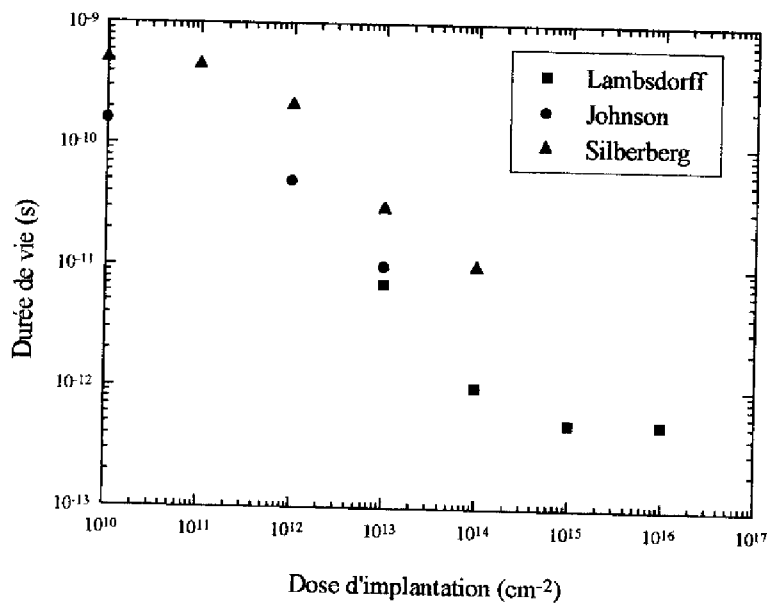
Nous avons réalisé la croissance de la structure présentée au chapitre 1 § 1.2.2 en effectuant la croissance de la partie active (multipuits GaAs/GaAlAs) à basse température. N'utilisant pas les phénomènes d'accumulation de charges discutés au chapitre 1 § 1.4, nous n'avons pas employé le matériau B.T. comme couches de piégeage aux extrémités de la structure, mais plutôt comme couches internes résistives dans le but de piéger les porteurs près de leur lieu de photogénération et d'appliquer des champs plus élevés.

La croissance de la dernière couche de GaAlAs, se faisant à 600°C, entraîne un recuit de 20 min de la structure. Cette durée tient compte de la rampe de montée en température et de l'épitaxie de cette couche. Par conséquent, d'après les résultats obtenus au

paragraphe 2.4.4, la durée de vie dans la partie B.T. de ces structures est de l'ordre de 50 ps. Les résultats expérimentaux obtenus sur ces structures sont présentés au chapitre 4.

## 2.5 - Bombardement de protons

Afin de réduire la durée de vie des porteurs photogénérés, nous avons effectué des implantations de protons dans nos structures. Le proton a été choisi pour sa légèreté donc pour sa grande profondeur de pénétration dans les matériaux. Cette technique est largement utilisée pour faire varier la durée de vie dans GaAs massif et de nombreux travaux reportent cette variation en fonction de la dose utilisée (Figure 2-12) [26-28].



**Figure 2-12 : Variation de la durée de vie dans GaAs massif en fonction de la dose de protons implantés**

*Il s'agissait pour nous de déterminer par simulation le nombre d'implantations, leurs énergies et les doses nécessaires à la création de défauts de façon homogène sur*



*toute la profondeur de la structure puis de les réaliser et par nos mesures de photo-diffraction d'en mesurer les effets.*

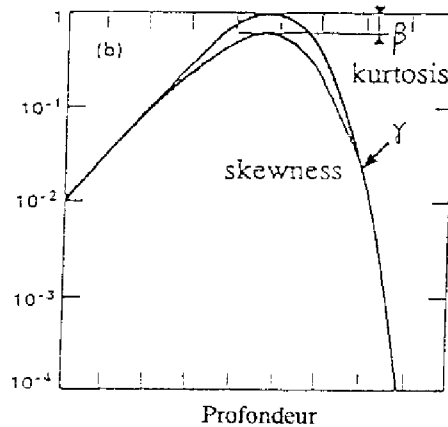
### **2.5.1 - Simulations**

L'implantation ionique consiste à introduire des ions dans un matériau afin d'en modifier les propriétés électriques, structurales ou optiques. Une théorie de la distribution des ions implantés dans les cibles amorphes a été proposée en 1963 par Lindhard, Scharff et Schiott (Théorie LSS) [29]. Gibbons [30] a publié ensuite une série d'articles poursuivant le travail entrepris sur la théorie LSS. Les premiers résultats concernant l'implantation ionique dans un composé III-V, en l'occurrence GaAs, apparaissent à la fin des années 60 [31,32].

Les théories les plus couramment utilisées pour décrire la distribution des ions dans une cible amorphe sont de type gaussien ou semi-gaussien (à 2 moments) [33], soit de type Pearson IV (à 4 moments) [33]. Ces théories ne peuvent donc pas s'appliquer au cas des multicouches puisqu'elles établissent des formules analytiques avec des hypothèses de cibles homogènes et isotropes. Nous avons donc eu recours, pour nos structures à un programme de simulation plus complexe utilisant la méthode statistique de MONTE-CARLO : TRIM (TRAnsport of Ions in Matter) [34]. Ce programme calcule, pour une gamme d'énergies d'implantation allant de 10 eV à 2 GeV/amu :

- la distribution des ions dans une structure composée de trois couches maximum
- les 4 moments au sens de la théorie de Pearson, déduits de la courbe de distribution des ions implantés, à savoir :
  - $R_p$ , Range Projection, profondeur de pénétration moyenne des ions,
  - $\Delta R_p$ , écart type de  $R_p$ ,

- le skewness, le kurtosis, qui sont 2 paramètres rendant compte de l'asymétrie et de l'écrasement de la gaussienne (Figure 2-13)

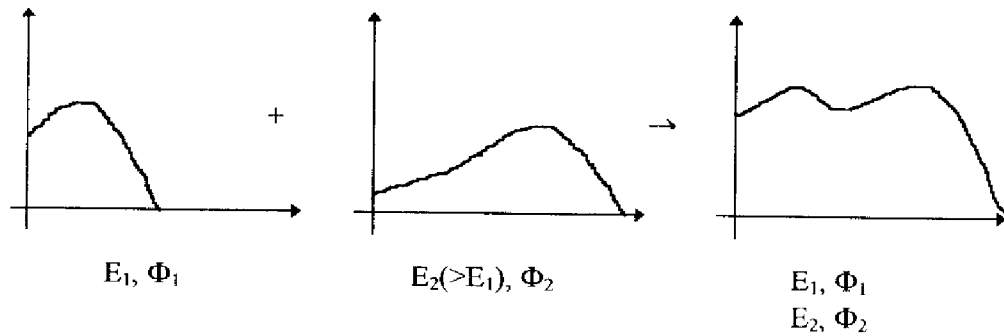


**Figure 2-13 : Paramètres utilisés dans la théorie de Pearson**

Afin de satisfaire aux conditions de TRIM, nous avons dû considérer notre structure comme étant constituée de 3 couches ; les deux couches latérales de  $Ga_{1-x}Al_xAs$  et la couche centrale ramenée à une couche de densité égale à la moyenne des densités des 80 périodes constituant la partie active.

Pour obtenir une répartition de défauts uniforme en profondeur dans toute la structure, l'addition de plusieurs profils est nécessaire. Aussi les profils de défauts résultant d'implantations de protons d'énergies comprises entre 70 KeV et 200 KeV (valeur maximale fixée par les performances de l'implanteur utilisé) ont été simulés avec les données de notre structure afin d'en déduire les diverses implantations à réaliser. Cependant, le maximum du profil de défauts ayant tendance à diminuer lorsque l'énergie d'implantation augmente, on doit en tenir compte en introduisant un facteur correctif sur la dose. Les calculs étant statistiques, TRIM donne les résultats en moyenne pour 1 ion implanté. Il suffit de

multiplier par le nombre total d'ions implantés (appelé dose et noté  $\Phi$ ) pour définir complètement un profil. La figure 2-14 illustre notre démarche.



**Figure 2-14 : Démarche effectuée pour simuler une multi-implantation**

On notera en abrégé  $E_1 + \alpha E_2 + \beta E_3$  une multi-implantation composée de l'addition d'une implantation à énergie  $E_1$ , suivie d'une implantation à énergie  $E_2$  dont la dose est  $\alpha$  fois la dose de référence  $\phi_1$ , suivie d'une troisième à énergie  $E_3$  dont la dose est  $\beta$  fois la dose de référence  $\phi_1$ .

Nous voyons sur la figure 2-15 qu'une tri-implantation  $70 + 1,5*120 + 2,5*180$  KeV ne conduit pas à la création de défauts dans l'ensemble de la structure. Il faut, pour y arriver, une tri-implantation d'un côté de la structure suivie d'une bi-implantation de l'autre côté. Les énergies à utiliser seraient de 50 KeV, 100 KeV et de 150 KeV pour le premier côté (avec des doses de 1, 1,3, 2,3 respectivement) et de 50 KeV et 100 KeV pour l'autre côté (avec des doses de 1,2 et 2,3 respectivement) comme présenté figure 2-16.

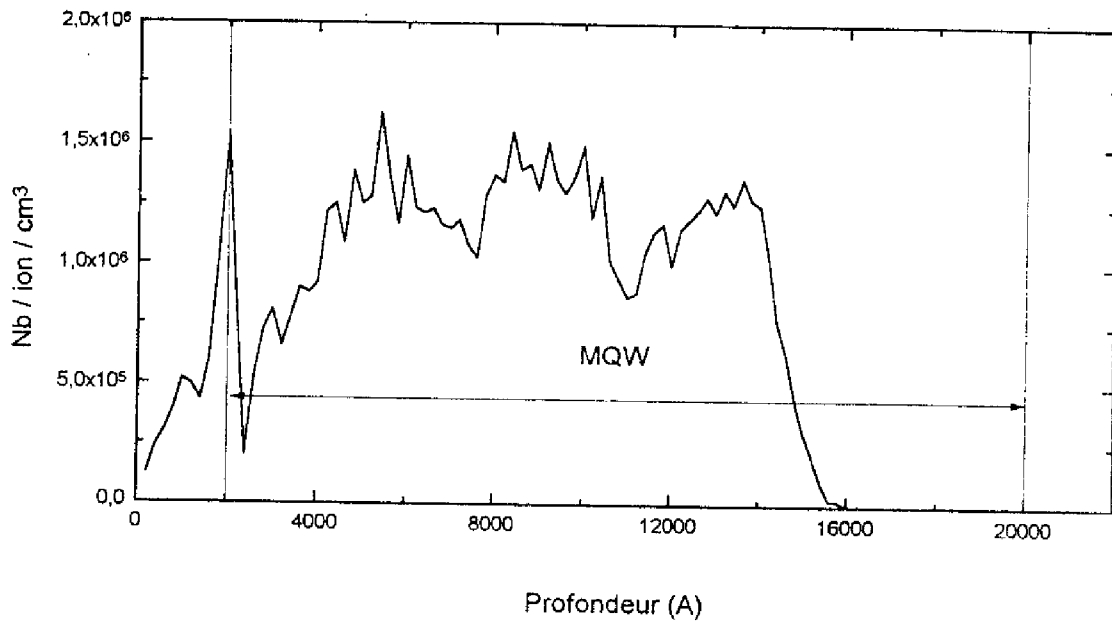


Figure 2-15 : Tri-implantation

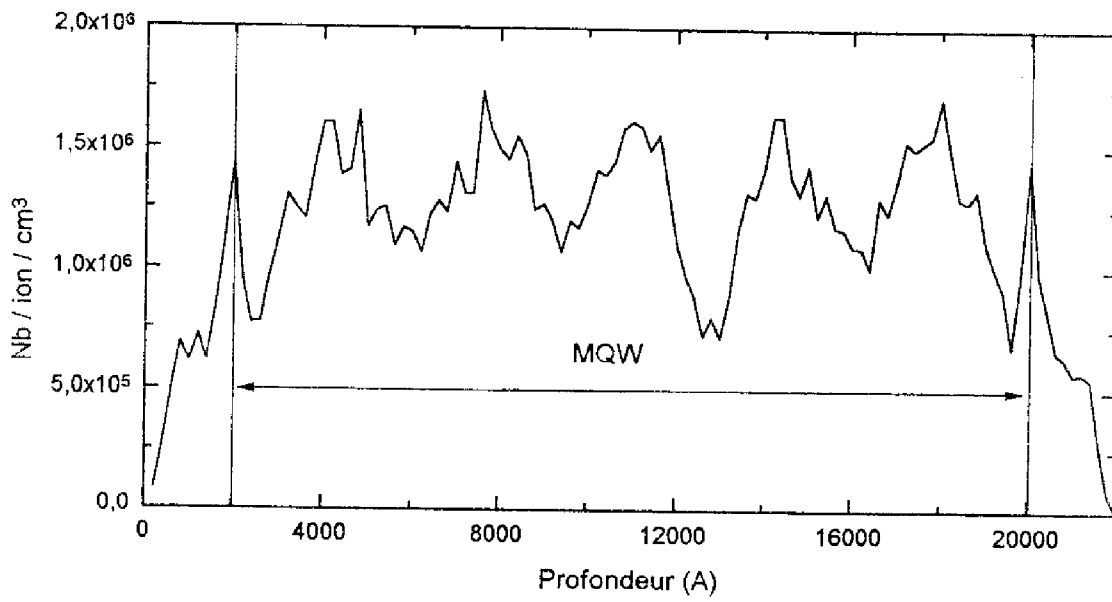


Figure 2-16 : Multi-implantation des deux côtés de la structure

D'un point de vue pratique, l'implantation des deux côtés n'étant pas compatible avec la technique du Lift-Off Epitaxial, nous nous sommes limités aux tri-implantations.

### **2.5.2 - Réalisations**

Les implantations de protons ont été réalisées au LAAS à l'aide d'un implantateur ionique de type EXTRION 220A. Les échantillons sont nettoyés suivant le cycle «Trichloréthane-Acétone-eau DI» classique puis collés à la laque à l'argent sur des plaques métalliques. Les implantations sont effectuées en introduisant un angle de  $7^\circ$  entre le faisceau incident et la normale à la cible (l'échantillon), afin d'éviter le phénomène de canalisation [33]. Les implantations se font sous vide secondaire ( $8 \cdot 10^{-7}$  Torr en moyenne), à température ambiante. En ce qui concerne les doses (nombre d'ions implantés au  $\text{cm}^2$ ), nous avons exploré une gamme allant de  $10^{12}$  à  $10^{13}$  ions/ $\text{cm}^2$  ( $1 \cdot 10^{12}$ ,  $5 \cdot 10^{12}$ ,  $1 \cdot 10^{13}$  ions/ $\text{cm}^2$ ).

Nous avons mené des expériences de photoluminescence sur les échantillons implantés afin de comparer leur spectre à ceux d'échantillons témoins non-implantés et de vérifier que les implantations se traduisaient effectivement par une augmentation des recombinaisons non radiatives. Sur les échantillons ayant subi des implantations, nous avons constaté un affaissement du pic d'émission de photoluminescence de nos puits, excités par la raie verte d'un laser Argon à 514 nm. Le phénomène est d'autant plus marqué que la dose d'implantation employée est élevée. Ceci témoigne de la dégradation de la qualité cristalline du semi-conducteur : des défauts ont bien été créés par l'implantation.

Enfin, notons que la principale limitation technologique de l'implantation ionique est l'énergie d'accélération des ions issus de la source de l'implanteur ionique. Dans le cas de

l'implanteur utilisé, cette énergie ne pouvait dépasser 200 KeV. La profondeur moyenne d'implantation est alors théoriquement limitée à 1,59  $\mu\text{m}$  pour le proton dans GaAs (calcul analytique).

Les couches implantées ont été caractérisées en régime transitoire par réseaux photoinduits (Cf chapitre 4). Les résultats montrent l'influence du bombardement de protons pour une dose supérieure ou égale à  $10^{13} \text{ cm}^{-2}$ . Notons qu'en pratique, il est difficile d'employer des doses inférieures à  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$  car les temps d'implantation sont alors peu supérieurs au temps nécessaire au faisceau pour balayer le support de l'échantillon. On peut donc constater des inhomogénéités d'implantation dans ce cas.

### 2.6 - Conclusion

Nous avons décrit dans ce chapitre le système d'épitaxie et discuté des conditions expérimentales utilisées pour l'élaboration de nos structures à multipuits quantiques.

L'état de l'art sur la croissance basse température des matériaux GaAs et GaAlAs nous a conduit à opter pour une température d'épitaxie de  $400^\circ\text{C}$  et un rapport de flux As/Ga de 20 pour l'élaboration des couches adéquates au problème posé, c'est à dire obtenir une durée de vie d'environ 50 ps. La caractérisation de couches de GaAs élaborées dans ces conditions d'épitaxie (microscopie à transmission, mesures de durée de vie,...), nous ont permis de maîtriser non seulement les paramètres relatifs à la croissance mais aussi ceux propres au recuit, c'est à dire température et durée. Nous avons au terme de cette étude élaboré une structure dont la partie active est constituée de matériaux basse température.

L'étude sur le protonage a consisté, tout d'abord, à simuler des implantations afin de déterminer les différents paramètres (énergies d'implantation, doses) permettant l'obtention d'un profil de défauts homogène dans toute la structure. Des implantations ont ensuite été réalisées sur des structures à multipuits quantiques conformément aux paramètres prédéterminés. Les différentes structures seront caractérisées dans le chapitre 4.

**Références bibliographiques du chapitre 2**

- 1 Thèse de Doctorat de Véronique Bardinal, INSA Toulouse, 1995
- 2 E. Bedel, A. Munoz-Yagüe, C. Fontaine  
Mat. Sci. and Eng. Vol.B21 (1993), 157
- 3 J.H. Neave, B.A. Joyce, P.J. Dobson, N. Norton  
Appl. Phys. A31 (1985), 1
- 4 F. Turco, J. Massies, J.P. Contour  
Revue Phys. Appl. 22 (1987), 827
- 5 F.W. Smith, A.R. Calawa, C. Chen, M.J. Mantra and L.J. Mahoney  
IEEE Electron. Dev. Lett. EDL-9 (1988), 77
- 6 M.R. Melloch, D.C. Miller and B. Das  
Appl. Phys. Lett. 54 (1989), 943
- 7 L.W. Yin, Y. Hwang, J.H. Lee, R.M. Kolbas, R.J. Trew and U.K. Mishra  
IEEE Electron. Dev. Lett. EDL-11 (1990), 561
- 8 F.W. Smith, H.W. Lee, V. Diadiuk, M.A. Hollis, A.R. Calawa, S. Gupta, M. Frankel,  
D.R. Dykaar, G.A. Mourou and T.Y. Hsiang  
Appl. Phys. Lett. 54 (1989), 890
- 9 S. Gupta, P.K. Battacharya, J. Pamaulapati and G. Mourou  
Appl. Phys. Lett. 57 (1990), 1543
- 10 A.C. Warren, J.H. Burroughes, J.M. Woodall, D.T. McInturff, R.T. Hodgson and  
M.R. Melloch  
IEEE Electron. Dev. Lett. EDL-12 (1991), 527
- 11 D.C. Look  
Thin Solid Films, 231 (1993), 61
- 12 Z. Liliental-Weber  
Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 241 (1992), 101
- 13 D.J. Eaglesham, N.L. Pfeiffer, K.W. West, D.R. Dykaar  
Appl. Phys. Lett. 58, Vol.1 (1991), 65
- 14 C.R. Wie  
Semi-Insulating III-V Materials, Toronto, 1990, Institute of Bristol, 1990, 71



- 15 W. Feng, Y. Yu, H. Chen, Q. Huang, J.M. Zhou  
Appl. Phys. Lett., vol 68, n°6 (1996), 812
- 16 D.C. Look, D.C. Walters, M.O. Manasreh, J.R. Sizelove, C.E. Stutz and K.R. Evans  
Phys. Rev. B42 (1990), 3578
- 17 D.C. Look  
J. Appl. Phys. 70 (1991), 3148
- 18 A.C. Warren, J.M. Woodall, J.L. Freeouf, D. Grischkowsky, D.T. McInturff, M.R. Melloch and N. Otsuka  
Appl. Phys. Lett. 57 (1990), 1331
- 19 A.C. Warren, J.M. Woodall, P.D. Kirchner, X. Yin, F. Pollak, M.R. Melloch, N. Otsuka and K. Mahalingam  
Phys. Rev. B46 (1992), 4617
- 20 N. Hozhabri, S.-H. Lee, K. Alavi  
Appl. Phys. Lett. Vol.66, n°19 (1995), 2546
- 21 K. Mahalingam, N. Otsuka, M.R. Melloch, J.M. Woodall, A.C. Warren  
J. Vac. Sci. Technol B 9 (1991), 2328
- 22 V. Mahadev, M.R. Melloch, J.M. Woodall, N. Otsuka, G.L. Liedl  
Journal of Electronic Materials Vol.23, n°10 (1994), 1015
- 23 M.R. Melloch, D. Nolte, N. Otsuka, C. Chang, J.M. Woodall  
J. Vac. Sci. Technol. B11(3), (1993), 795
- 24 E.S. Harmon, M.R. Melloch, J.M. Woodall, D. Nolte, N. Otsuka, C. Chang  
Appl. Phys. Lett. Vol 63, n°16 (1993), 2248
- 25 S. Gupta, M.Y. Frankel, J.A. Valdmanis, J.F. Whitaker, G.A. Mourou, F.W. Smith, A.R. Calawa, Appl. Phys. Lett. Vol.59, n°25 (1991), 3276
- 26 Y. Silverberg, P.W. Smith, D.A.B. Miller, B. Tell, A.C. Gossard, W. Wiegmann,  
Appl. Phys. Lett. Vol.46 (1985), 701
- 27 M.B. Johnson, T.C. Mc Gill, N.G. Paulter  
Appl. Phys. Lett. Vol.54 (1989), 2424
- 28 M. Lambsdorff, J. Kuhl, J. Rosenzweig, A. Axmann, J. Schneider  
Appl. Phys. Lett. Vol.58 (1991), 1881
- 29 J. Lindhard, M. Scharff and H. Schiott  
Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk, vol 33 (1963), 1

- 30 J. Gibbons, Ion Implantation in Semiconductors, Part I  
Proceedings of the IEEE, vol 56, n°3 (1968), 295
- 31 P. Roughan, K. Manchester  
J. electrochem. Soc. 116 (1969), 278
- 32 J. Gibbons, S. Mylroie  
Appl. Phys. Lett., vol 22, n° 11 (1973), 568
- 33 P. N. Favennec  
L'implantation ionique pour la microélectronique et l'optique, Ed. Masson, Paris 1993
- 34 F. Ziegler  
The transport of ions in matter, rapport IBM (1991)



## **Chapitre 3**

### **Report des structures. Qualité des reports**

Comme nous l'avons expliqué au chapitre 1, l'élimination du substrat de croissance est indispensable pour le fonctionnement en transmission de nos structures. Aussi nous avons dû considérer l'éventail des techniques conduisant à cette élimination. Dans notre étude, il s'agit de reporter un film épitaxié sur un substrat d'accueil. Les techniques d'hybridation classiques comme le Wire Bonding, le Tape Automate Bonding ou le Flip Chip Bonding [1] ne peuvent convenir en raison de l'épaisseur des films épitaxiés.

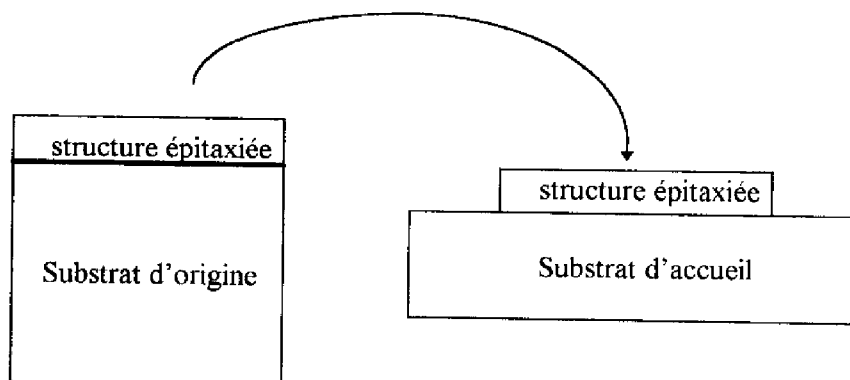
Nous avons retenu et développé les deux techniques suivantes :

- le «collage» où la liaison du film épitaxié sur son nouveau substrat se fait par un adhésif,
- le «Lift-Off Epitaxial» où la liaison se fait par forces électrostatiques (Van der Waals Bonding)

Nous détaillerons la mise en oeuvre de ces deux techniques étape par étape et nous présenterons les différentes réalisations. Des études de tenue mécanique, de spectroscopie de photoluminescence, de diffraction de rayons X, et de spectroscopie Raman nous permettront de qualifier et comparer les reports. Enfin, nous décrirons les étapes technologiques nous ayant permis d'adapter la technique du Lift-Off Epitaxial en vue de la réalisation de dispositifs polarisables.

### **3.A - Techniques de report de films épitaxiés**

On entend par «techniques de report» les techniques permettant la substitution du substrat de croissance par un nouveau substrat, choisi pour ses propriétés adaptées à l'application visée, et accueillant le film épitaxié (Figure 3-1).



**Figure 3-1 : Principe de la technique de report d'une couche épitaxiée**

L'étude menée porte sur des structures photoréfractives utilisées *en transmission* (Cf. chapitre 1) dans le domaine spectral 800-850 nm, région d'absorption du GaAs utilisé comme substrat. Nous avons donc mis au point des techniques de report permettant la substitution de ce substrat absorbant par un substrat transparent ou semi-transparent aux longueurs d'onde d'étude. Pour ce faire, nous avons retenu deux techniques :

- la première, appelée «technique du collage», consiste à reporter la partie active de la structure en collant la face épitaxiée sur le substrat d'accueil puis, à éliminer mécaniquement et chimiquement le substrat d'origine. Cette technique est souvent utilisée dans les associations semiconducteur-semiconducteur. Le collage peut faire intervenir un adhésif (notre cas) ou être direct.

- la deuxième, appelée «Lift-Off Epitaxial» (LOE), consiste dans un premier temps à séparer le film épitaxié de son substrat initial, et à reporter dans un deuxième temps le film

décollé sur le substrat d'accueil. Cette technique, plus délicate de mise en œuvre que la précédente, a nécessité la construction d'un montage expérimental adapté.

Le dénominateur commun des deux techniques, pour les composés GaAs/GaAlAs est l'incorporation d'une fine couche d'AlAs au moment de la croissance. Cette couche joue soit le rôle de couche d'arrêt de l'attaque dans la technique du collage, soit le rôle de couche sacrificielle pour le LOE, pour des taux d'Aluminium ne dépassant pas 40 % dans la structure. Elle sert donc de marqueur chimique dans la structure.

Nous allons voir plus en détail ces deux techniques et comparer leurs atouts.

### ***3.A.1 - Technique du collage***

Pour coller la face épitaxiée de la structure sur le substrat d'accueil, nous avons utilisé une colle optique transparente spéciale, polymérisable aux ultraviolets. La colle NOA 61 (Epotechny), présentant un indice de réfraction très proche de celui du verre ( $n_{\text{NOA 61}} = 1,56$ ), est tout à fait adaptée à l'utilisation de substrats laissant passer les ultraviolets tels que le verre, le saphir...

Tout d'abord, nous déposons une goutte de colle sur la face avant de l'échantillon et venons presser progressivement le substrat d'accueil contre la colle afin d'étaler cette dernière tout en évitant la formation de bulles. Ensuite, l'ensemble est insolé quelques minutes à l'aide de la source ultraviolette d'une machine de photogravure. La colle polymérise et entraîne l'adhérence de l'échantillon au substrat d'accueil. Une fois l'échantillon

fixé sur le substrat d'accueil, l'élimination du substrat de croissance peut commencer suivant deux étapes :

*1) abrasion mécanique du substrat*

Elle est réalisée à l'aide de disques abrasifs montés sur une polisseuse. La granulométrie des disques utilisés est décroissante de façon à contrôler à 5 microns près l'épaisseur restante avant l'attaque chimique (Cf. 2ème étape). En dessous de 50  $\mu\text{m}$ , la couche restante étant fragilisée, l'attaque chimique prend alors le relais.

*2) attaque chimique du restant de GaAs et de la couche d'arrêt*

a) Le restant de GaAs, d'épaisseur choisie entre 40 et 50  $\mu\text{m}$ , est attaqué dans une solution de  $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2$  de pH 8,4 à 25°C. La dissolution dure une demi-heure environ. La couche d'AlAs se révèle par son aspect bleuté.

b) La couche d'arrêt, séparant la structure épitaxiée du substrat de croissance est attaquée aisément dans un bain d'acide fluorhydrique dilué ( $\text{HF} : \text{H}_2\text{O}$  (1:10)). La sélectivité de cette solution est supérieure à  $10^7$  sous réserve que la composition en aluminium de la structure ne comporte pas plus de 40 % d'aluminium. L'attaque chimique de la couche d'AlAs libère finalement la structure épitaxiée sans la dégrader.

Nous avons obtenu par cette technique des films épitaxiés d'une épaisseur de deux microns collés sur verre. L'épaisseur de colle a toujours été mesurée inférieure à 10  $\mu\text{m}$ . Nous avons illustré l'ensemble des étapes sur la figure 3-2.



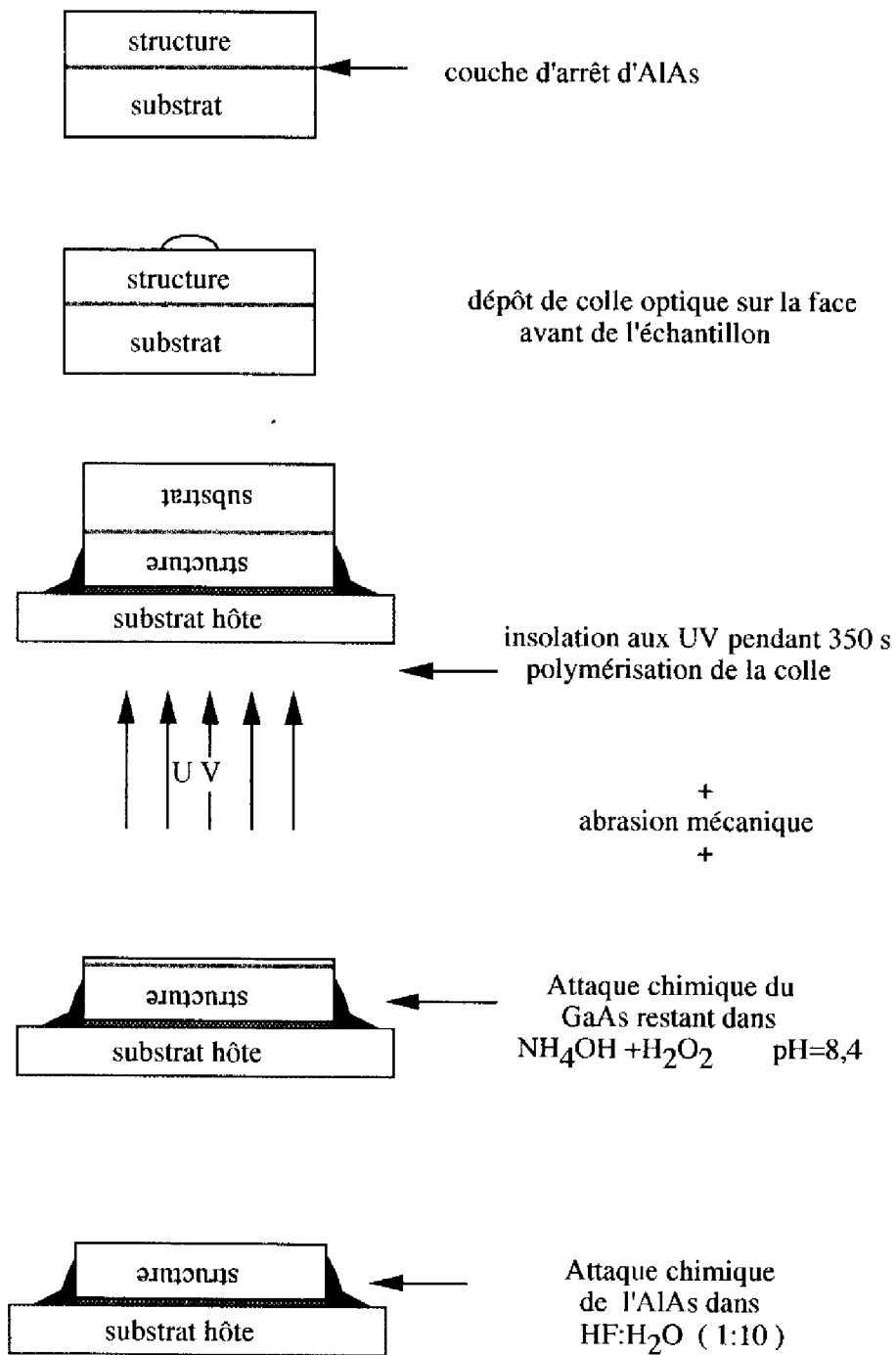


Figure 3-2 : Etapes de la technique du collage

### *3.A.2 - Technique du Lift-Off Epitaxial*

Le marqueur va ici être sacrifié par la suite afin de séparer les couches épitaxiées du substrat de croissance, ceci grâce à une attaque chimique très sélective par la tranche libérant la structure pour la reporter sur un substrat arbitraire. L'adhérence sur le substrat d'accueil se fait par la création de forces électrostatiques de Van Der Waals lors de la mise en contact, résultant de la pression légère du film épitaxié contre le substrat d'accueil. Cette pression, maintenue pendant quelques minutes, chasse la fine pellicule d'eau emprisonnée entre les deux surfaces. La rugosité de surface du substrat d'accueil doit être faible (inférieure à 50 Å) pour obtenir une adhérence correcte.

Historiquement, les premiers essais de décollement de films épitaxiés ont été réalisés en 1978 par Konagai et al. [2] et montraient la possibilité de monter des cellules solaires en GaAs sur de l'aluminium.

Quelques années plus tard, Yablonovitch [3] a eu l'idée d'utiliser de la cire Apiezon pour recouvrir la face avant des échantillons. Cette cire, par ses propriétés élastiques, facilite non seulement le décollement mais sert aussi, lors du transfert vers le substrat d'accueil, de support temporaire au film épitaxié décollé.

En intégrant les éléments apportés par Yablonovitch et des détails sur le montage expérimental donnés par l'IMEC (Université de Gent, Belgique) [4], nous avons optimisé un procédé en quatre étapes (Figure 3-3) :

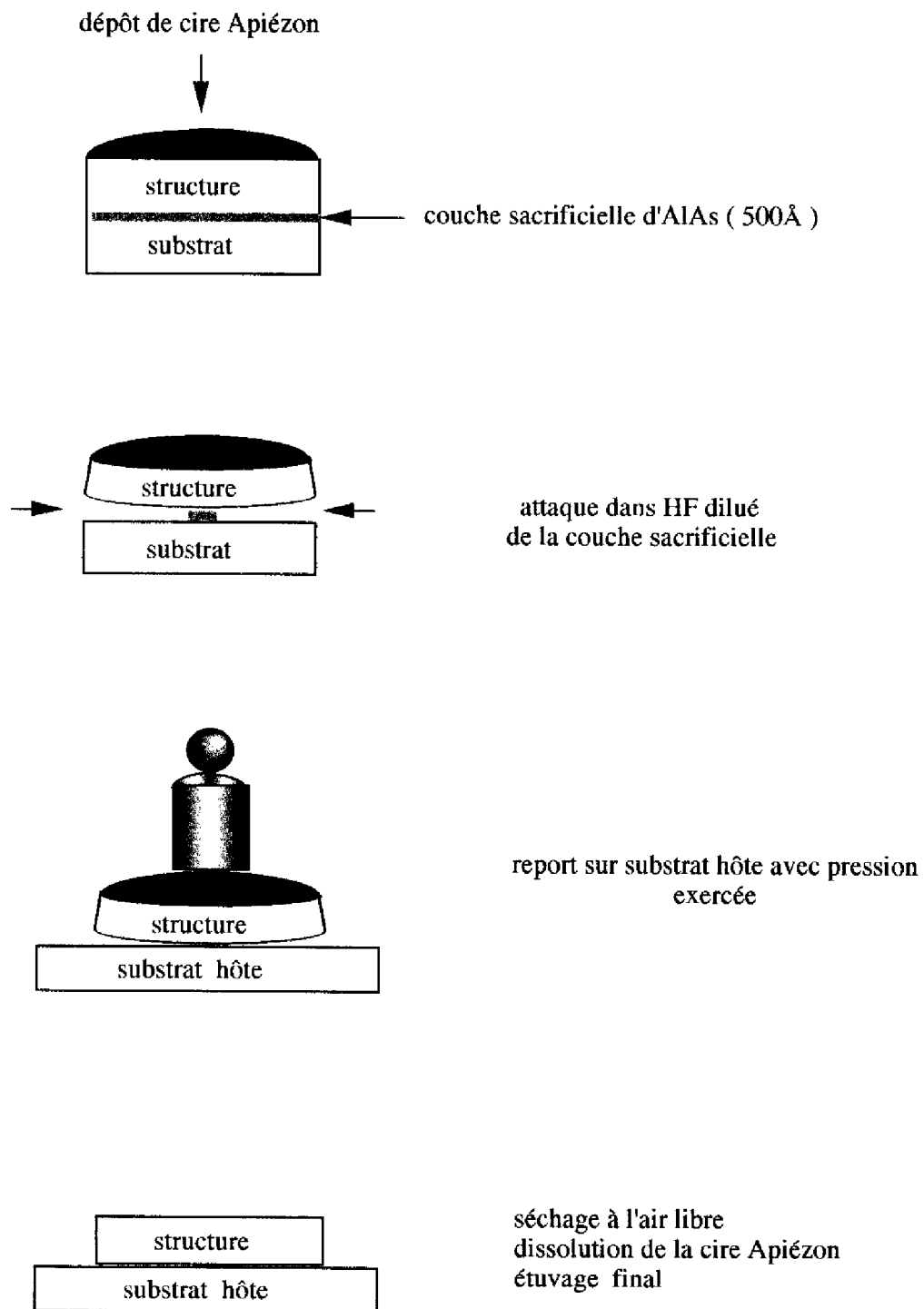


Figure 3-3 : Etapes de la technique du Lift-Off Epitaxial

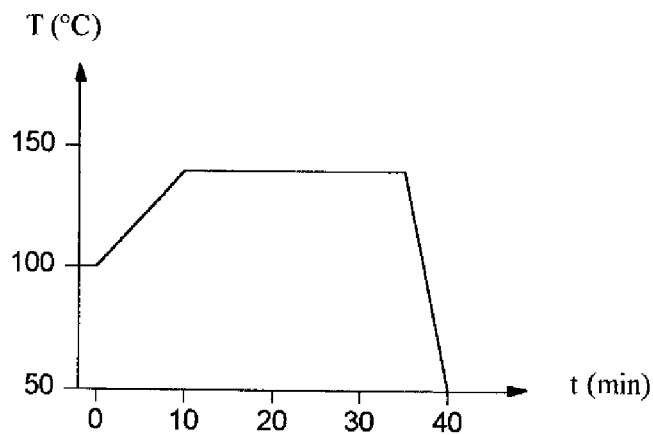
*1) Dépôt de cire Apiezon*

Le but de cette première étape est de réaliser une coupelle de cire sur la face avant de l'échantillon. La surface de l'échantillon doit être d'abord dégraissée (cycle Trichloréthane-Acétone-Eau désionisée(DI)). Puis la cire Apiezon, préalablement diluée dans du trichloréthylène, est déposée goutte à goutte sur l'échantillon à l'aide d'une seringue. Le dépôt est laissé à température ambiante pendant 30 mn puis cuit dans une étuve à 140 °C pendant 35 mn. Il en résulte une coupelle de cire d'aspect brillant recouvrant la surface de l'échantillon. Afin de s'assurer que la tranche de l'échantillon soit exempte de cire lors de l'attaque de la couche sacrificielle, on clive les bords par la face arrière avec une pointe diamantée. L'épaisseur de la cire doit être suffisante pour créer des forces de tension internes capables de relever les bords de la couche au cours de décollement. Les divers essais effectués nous ont conduit à retenir une épaisseur optimale de cire de 400 µm pour des échantillons de 5 mm de côté. En ce qui concerne la cuisson de la cire, il est important de trouver l'élasticité adaptée : une cire trop cuite est gênante au moment du report, les bords adhérant mal au substrat d'accueil, une cire pas assez cuite, donc molle, gêne le clivage face arrière. La cuisson a été maîtrisée par un cycle de température reporté sur la figure 3-4. La cuisson et l'épaisseur de la cire sont deux éléments essentiels rendant cette première étape du procédé cruciale pour la réussite du procédé.

*2) Attaque chimique de la couche sacrificielle*

Une fois les bords clivés, l'échantillon est placé dans une solution d'acide fluorhydrique dilué HF : H<sub>2</sub>O (1:10) thermostaté aux environs de 10°C. Tirant parti de la sélectivité de cette solution pour sacrifier la couche d'AlAs, cette étape permet donc la séparation des couches épitaxiées de leur substrat de croissance GaAs. Lors de cette étape,

un dégagement gazeux d'hydrogène se produit au niveau de la couche d'AlAs. Il est important d'utiliser de faibles concentrations de HF en solution aqueuse et des couches sacrificielles très fines (100-1000 Å) pour que la quantité d'hydrogène produite lors de la réaction ne forme pas de bulles qui pourraient bloquer le canal de gravure.



**Figure 3-4 : Cycle de température optimisé pour la cuisson de la cire**

Pendant l'attaque chimique de la couche sacrificielle, la cire, par ses propriétés élastiques, permet une bonne évacuation des produits de la réaction en relevant les bords de la couche, et favorise ainsi l'attaque de la couche sacrificielle. L'attaque est terminée lorsqu'en remuant doucement la solution d'acide fluorhydrique, le film épitaxié se sépare du substrat et flotte à la surface de la solution. Le décollement de la couche épitaxiée dure de un à plusieurs jours, suivant la taille de l'échantillon et la dilution de l'acide.

### *3) Transfert du film épitaxié vers le substrat d'accueil*

Au début de cette étape, nous disposons de la couche épitaxiée recouverte de cire flottant dans la solution d'acide fluorhydrique (Figure 3-5a). Après rinçage à l'eau DI, il convient de la saisir puis de la transférer sur son substrat d'accueil. Pour réaliser ces opérations délicates, nous avons construit un montage dont la description se trouve au paragraphe 3.A.3. Il permet de saisir la structure décollée par aspiration côté cire pour ne pas endommager la couche épitaxiée, et d'exercer une très faible pression de façon contrôlée pour la mise en contact avec le substrat d'accueil.

Le transfert jusqu'au substrat d'accueil ainsi que la mise en contact se déroulent sous un flux d'eau DI à circulation continue (Figures 3-5b).

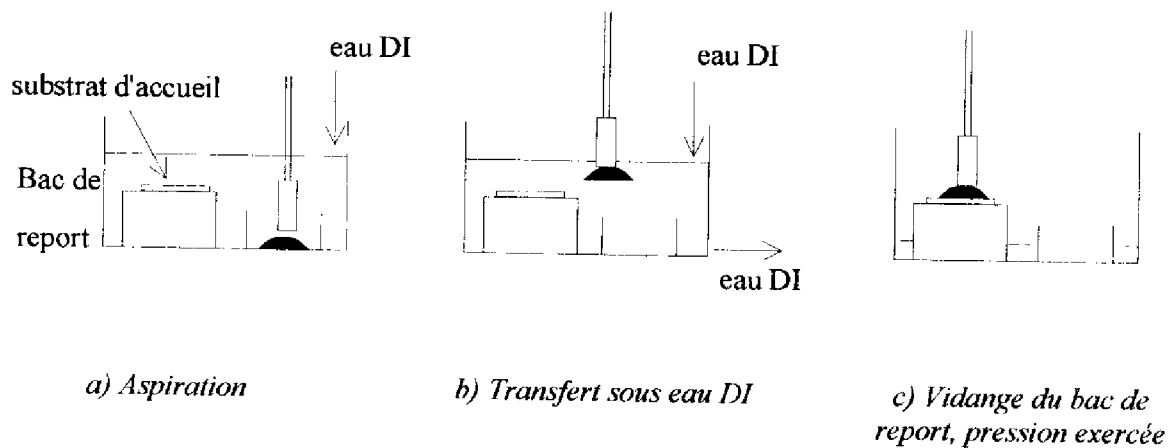
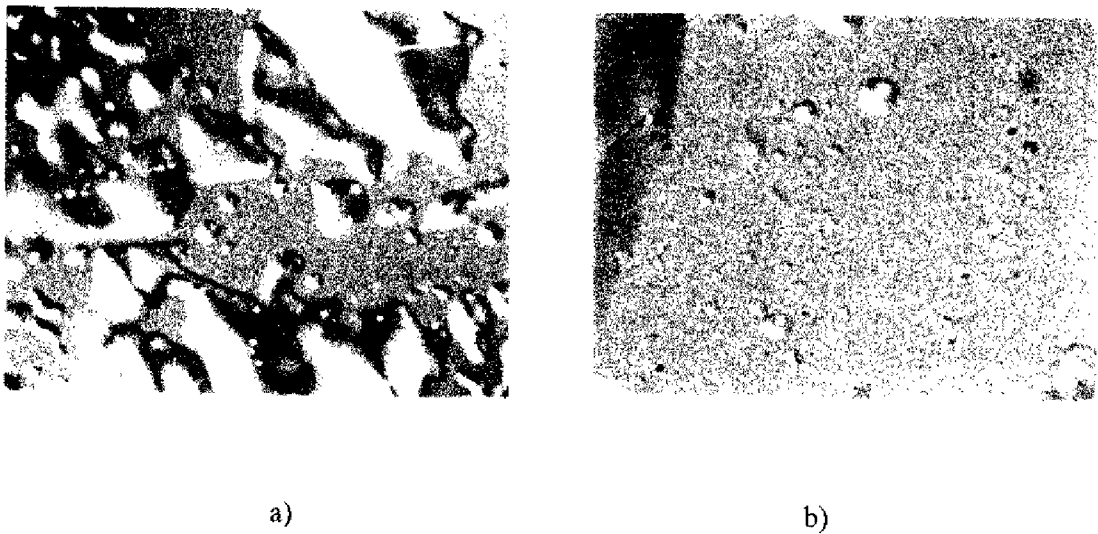


Figure 3-5 : Etapes du report par LOE

Les premiers essais ont montré la nécessité de travailler dans un environnement exempt de poussières, celles-ci dégradant la qualité du report. Pour le transfert du film épitaxié, l'eau DI est apparue comme une solution au problème facile à mettre en œuvre et améliorant nettement la qualité de l'interface film épitaxié-substrat d'accueil. En outre, il est

important que la couche venant de se décoller ne soit pas exposée à l'air ambiant. L'eau DI est là aussi un élément favorable, protégeant la surface nue de cette couche jusqu'au contact avec le substrat d'accueil. La figure 3-6a illustre la présence de poussières par l'apparition de bulles. Par contre, la figure 3-6b montre que le transfert sous eau DI du film épitaxié réduit la densité de poussières et se fait avec une bonne planéité.



**Figure 3-6 : Photographies de reports en effectuant le transfert  
(a) : à l'air libre ; (b) : dans un milieu d'eau désionisée (G: x 33)**

Lors de la mise en contact du film épitaxié avec le substrat d'accueil (Figure 3-6c), la pression exercée sur le film ne dépasse pas  $0,15 \text{ N/cm}^2$ . La pression est maintenue non seulement pendant l'évacuation de l'eau, mais au minimum 15 minutes au-delà. Pendant la phase de séchage, le film épitaxié adhère peu à peu par les forces de Van Der Waals sur le substrat d'accueil. Il est donc plus prudent d'attendre quelques heures avant de manipuler l'ensemble.

#### *4) Dissolution de la cire et étuvage final*

Après 24 heures, considérant que l'adhérence de la couche épitaxiée sur son nouveau substrat est suffisante pour permettre la dissolution de la cire Apiezon, l'ensemble est plongé dans un bain de trichloréthylène agité avec précaution. Une fois la cire totalement enlevée, nous effectuons un étuvage final. Dans le cas de report sur des substrats tels que le verre, le saphir, le silicium, l'étuvage se fait vers 50°C. Son rôle est de renforcer les forces de Van der Waals. Dans le cas de reports sur des substrats métallisés palladium, l'étuvage se fait à des températures nettement plus élevées.

#### **3.A.3 - Description du dispositif expérimental LOE**

Le dispositif monté sur une table profilée type T500 de Microcontrôle est bâti de façon modulaire afin que toute modification en soit facilitée. Pour minimiser la présence de poussières, le dispositif est placé sous une hotte à flux laminaire et un système de circulation continue d'eau DI alimente le bac de report.

Deux des modules du montage ont demandé une attention particulière pour le bon déroulement des étapes du report :

##### *a) le système d'aspiration*

Il est supporté par un bras manipulateur pouvant se déplacer verticalement et se termine par un tube inox et une buse en Téflon (Figure 3-7). La dépression au niveau de la buse s'obtient à l'aide d'une pompe électromagnétique à membrane. Un piège à vide empêche l'eau aspirée de parvenir jusqu'à la pompe.



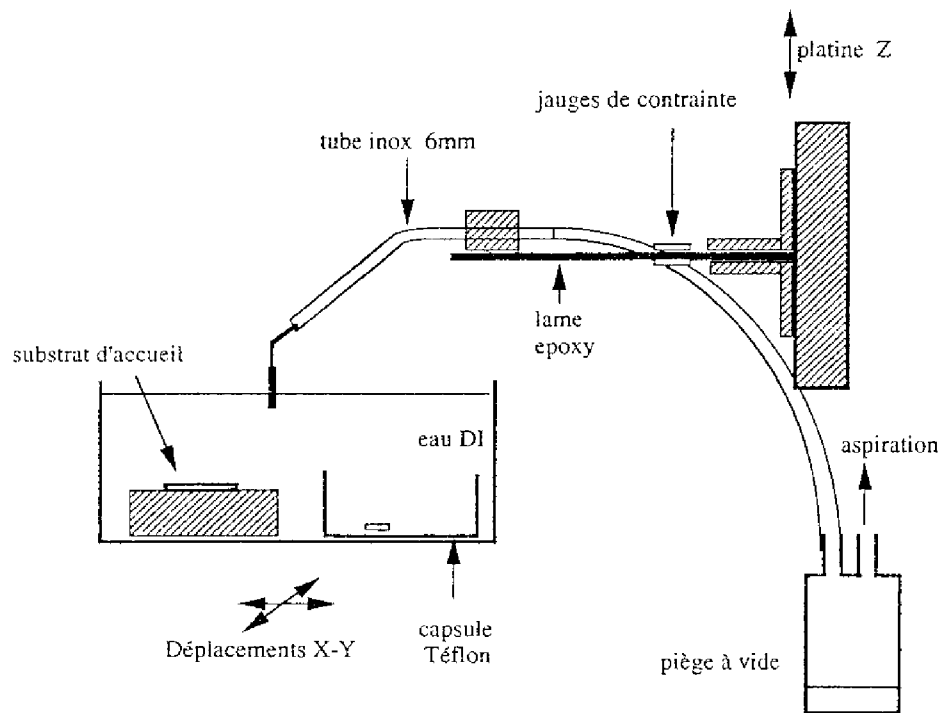


Figure 3-7 : Schéma du montage expérimental LOE

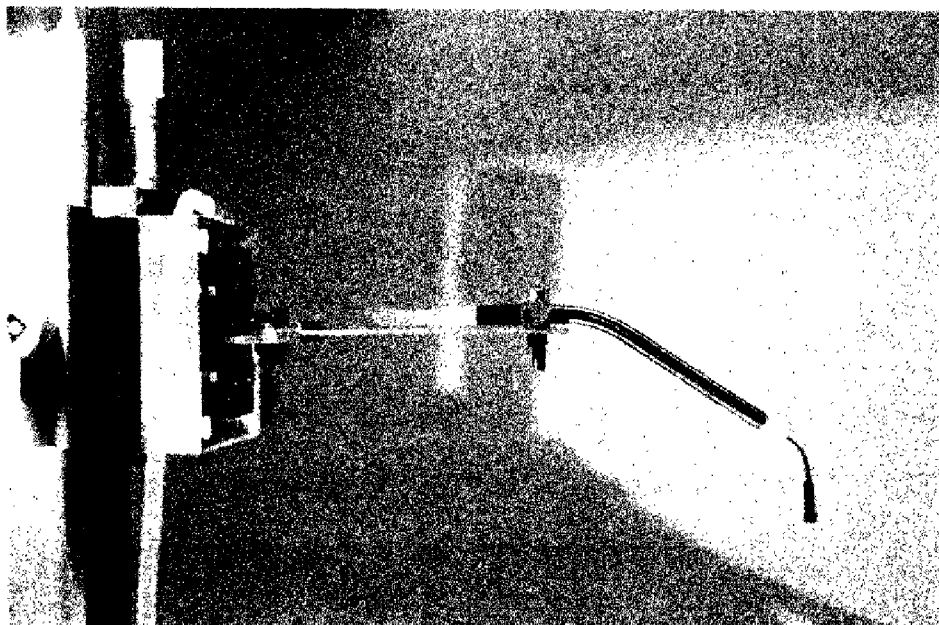


Figure 3-8 : Photographie des systèmes d'aspiration et de contrôle de la pression

*b) le contrôle de la pression exercée sur le film épitaxié*

Le contrôle de la pression au niveau de la buse d'aspiration est intégré au bras manipulateur (Figure 3-8). Le déplacement vertical du bras permettant d'exercer la pression est assuré par une platine micrométrique pour un ajustage précis de la pression requise au niveau de la buse. Le système de contrôle de la pression comporte une lame flexible en époxy sur laquelle nous avons collé deux jauges de contraintes de  $120 \Omega$ . La première jauge a été collée sur la partie supérieure de la lame, la deuxième sur la partie inférieure, de façon symétrique. La lame flexible, encastrée entre deux mâchoires fixes, supporte la terminaison du système d'aspiration (tube inox + buse Téflon) à l'autre extrémité. Sous l'effet de la flexion de la lame, les jauges de contrainte se déforment de façon antagoniste, ce qui augmente la sensibilité du dispositif. Elles sont intégrées dans l'une des deux branches d'un pont de Wheastone (Figure 3-9) alimenté en tension alternative par un appareil de mesure PHILIPS PR 9307. L'appareil de mesure comporte un amplificateur et un voltmètre convertissant les déformations au niveau de la jauge en tension sur l'indicateur du voltmètre. Nous avons donc étalonné le dispositif afin de relier la pression exercée au niveau de la buse à la tension indiquée par le voltmètre.

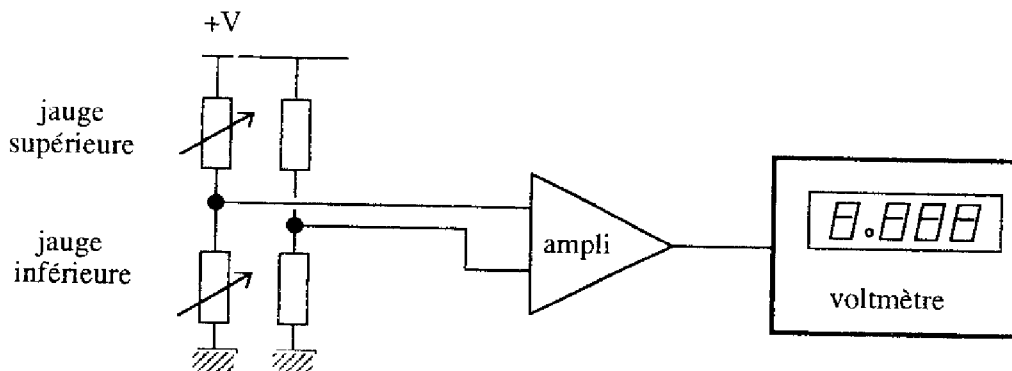


Figure 3-9 : Contrôle électronique de la pression

### 3.A.4 - Essais sur divers substrats

Nos premiers reports ont été effectués sur des lames de verre de haute qualité de surface (rugosité moyenne inférieure à 10 Å). Nous avons aussi testé des substrats métallisés, en vue de l'application d'un champ électrique, fournis par le CNET dans le cadre de notre collaboration. Une rugosité de surface importante défavoriserait l'établissement des forces de Van Der Waals et entraînerait l'apparition de bulles, aussi avons-nous mesuré les rugosités de surface de chaque type de substrat. Les mesures de rugosité ont été effectuées à l'aide d'un profilomètre TENCOR. Dans tous les cas, les rugosités mesurées sont faibles, inférieures à 20 Å. Le tableau 3-1 regroupe ces mesures ainsi que les transmittances mesurées, dans la gamme 800-900 nm, selon la procédure expérimentale décrite au chapitre 4.

| Type de substrat          | Rugosité moyenne (Å) | Transmittance à 850 nm (%) |
|---------------------------|----------------------|----------------------------|
| 70 Å Pd/ saphir           | 16                   | 39                         |
| Pd 80 Å / Cr 20 Å / verre | 10                   | 22                         |
| ITO/verre                 | 12                   | 86                         |
| verre (Schott)            | 8                    | 89                         |
| saphir                    | 20                   | 85                         |

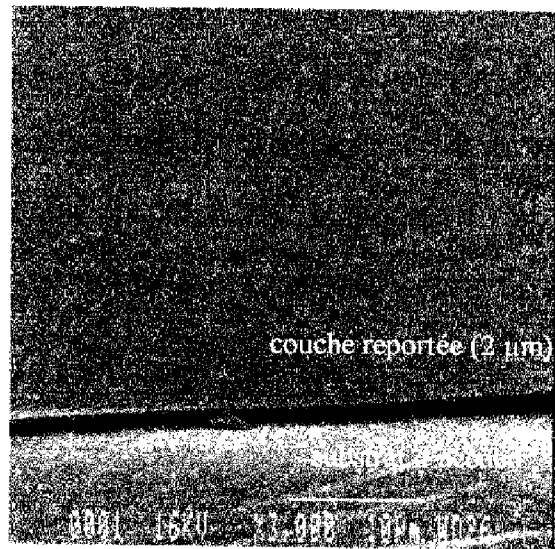
**Tableau 3-1 : Caractéristiques des substrats utilisés dans ce travail**

L'ITO (Indium Tin Oxide) est un alliage à base d'oxyde d'étain et d'oxyde d'indium déposé en film mince au canon à électrons et qui présente la particularité d'être à la fois

transparent et conducteur. Ces propriétés en font un bon candidat pour appliquer un champ électrique dans nos structures tout en travaillant en transmission. Les reports effectués sur ce type de substrat ont montré que la liaison est comparable à celle obtenue sur les substrats de verre ou de saphir, c'est-à-dire de type électrostatique.

Quant aux substrats recouverts d'une couche de palladium ou de chrome-palladium (le chrome joue le rôle de couche d'accrochage sur le verre), ils se révèlent très prometteurs. En effet, bien que la transmittance soit quelque peu diminuée, les propriétés spécifiques du palladium données dans la littérature laissent espérer un élargissement du champ des applications pour les couches reportées. Le palladium forme un composé intermétallique avec l'Arséniure de Gallium [5] en diffusant pour des températures peu élevées dans le semi-conducteur (le coefficient de diffusion du palladium dans GaAs à 300°C est estimé à  $1,2 \cdot 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$ ). Ce composé intermétallique,  $\text{Pd}_4\text{AsGa}$ , permet en fait de transformer la liaison de type électrostatique lors du report par LOE en une liaison chimique qui renforce considérablement l'adhérence des couches reportées sur le substrat d'accueil (Cf. § 3.B.1). Plus précisément, le palladium diffuse dans l'oxyde natif présent à la surface du semiconducteur et forme une liaison métallurgique forte, thermiquement performante et définitive. Bien sûr, une partie du GaAs est consommée et transformée en  $\text{Pd}_4\text{AsGa}$ , mais cette épaisseur ne dépasse pas 50 Å aux températures de recuit que nous employons (150 à 200°C pendant 30 minutes) [6]. Les premiers essais de report sur substrat métallisés palladium ont effectivement montré une amélioration au niveau de la qualité du report : diminution de la taille de bulles, meilleur aspect visuel, résistance mécanique accrue de la structure reportée. La figure 3-10, qui reproduit la photographie prise au MEB d'un report de la structure à multipuits quantiques sur un substrat de verre recouvert d'une couche semi-

transparente de chrome-palladium, le confirme. La couche reportée apparaît dans la partie supérieure de la photographie.



**Figure 3-10 : Photographie MEB d'un report effectué par LOE sur un substrat métallisé palladium (G: x3000)**

### **3.B - Qualité et comparaison des techniques de report**

#### ***3.B.1 - Tenue mécanique des reports***

Nous nous sommes intéressés à la tenue des couches reportées sur leur substrat d'accueil afin d'estimer leur tenue mécanique à divers traitements et ainsi d'apprécier dans quelle mesure ces couches pouvaient subir des processus technologiques de salle blanche après leur report.

Sur des échantillons reportés, soit par LOE, soit par la technique du collage, différents types de tests ont été conduits :

- un test de tenue à l'eau, à la vapeur d'eau pendant 24 H,
- un test de tenue sous vide, à température ambiante et à 20 K,
- un test de tenue aux solvants classiques (trichloréthane, acétone),
- le test du scotch, souvent employé pour vérifier l'adhérence des métaux sur les semiconducteurs.

Après chaque test, un examen visuel permet d'évaluer les dégradations subies par l'échantillon.

Les échantillons reportés par la technique du collage ont une bonne tenue mécanique et passent tous les tests avec succès, hormis celui de tenue aux solvants puisque la colle se dissout dans l'acétone. Parmi les échantillons reportés par LOE, nous avons constitué deux familles :

- celle dont l'adhérence sur le substrat d'accueil est due aux forces de Van der Waals : il s'agit des reports sur verre, verre/ITO principalement. Les couches reportées ne se dégradent ni dans l'eau, ni dans la vapeur d'eau, ni sous vide et ni dans les solvants. Par

contre, les cycles de température les endommagent peu à peu, décollant en partie le film épitaxié. Le test du scotch est négatif : 100% du film reste collé au scotch.

- celle pour laquelle la liaison électrostatique de Van der Waals est peu à peu remplacée par une liaison chimique forte et permanente grâce à l'utilisation du palladium (Cf. § 3.A.4). Ces échantillons passent tous les tests avec succès y compris le test du scotch. Nous avons constaté une grande amélioration dans la qualité du report, tant au niveau aspect visuel (peu de bulles, adhérence excellente) qu'au niveau de la tenue mécanique.

Ces tests montrent que l'adhérence des structures épitaxiées par collage ou par liaison électrostatique sur le substrat d'accueil est suffisante pour des études optiques. Par contre, l'adhérence étant nettement améliorée lors de reports sur palladium, la réalisation de processus technologiques (métallisation, photogravure...) sur ce type d'échantillons sera rendue possible.

### ***3.B.2 - Etude des modifications structurales induites par le report***

La tenue aux différents tests mécaniques nous guide déjà dans le choix de la technique de report à employer selon l'utilisation ultérieure de la structure. A ce stade, il est important de caractériser plus microscopiquement l'interface substrat hôte-couche épitaxiée et d'étudier les éventuelles modifications induites par le report sur les propriétés physiques de la structure. Nous avons donc caractérisé par diffraction de rayons X et par spectroscopies de photoluminescence et Raman les échantillons reportés par LOE ou par collage. Ces trois techniques de caractérisation sont non destructives. Dans chaque cas, les

résultats ont été comparés à ceux obtenus sur l'échantillon témoin constitué de la couche sur son substrat d'origine GaAs.

Nous présenterons brièvement pour chaque technique de caractérisation son principe, le dispositif expérimental utilisé puis les résultats obtenus.

### 3.B.2.1 - Spectroscopie de photoluminescence

#### a) principe et montage expérimental

La photoluminescence (PL) est le nom que l'on donne généralement à la radiation émise par un matériau dans un état hors équilibre après absorption d'énergie sous forme de photons.

Les recombinaisons radiatives observées correspondent aux transitions les plus efficaces, c'est-à-dire demandant le moins d'énergie. Ainsi, dans le cas des puits quantiques, le spectre de PL se caractérise par un pic principal d'émission due à la recombinaison radiative entre les niveaux  $e_1$  et  $hh_1$  (trous lourds) du puits .

$$h\nu = E_g + E_{e_1} + E_{hh_1} \quad (1)$$

Nous avons comparé les spectres de PL obtenus sur des échantillons reportés par les techniques de LOE et de collage avec le spectre d'un témoin laissé sur son substrat initial GaAs, afin d'évaluer les éventuelles contraintes induites par le report. Les spectres ont été enregistrés à température ambiante, puis à basse température (20 K) où les pics d'émission s'affinent (l'élargissement thermique étant rendu négligeable à cette température) .



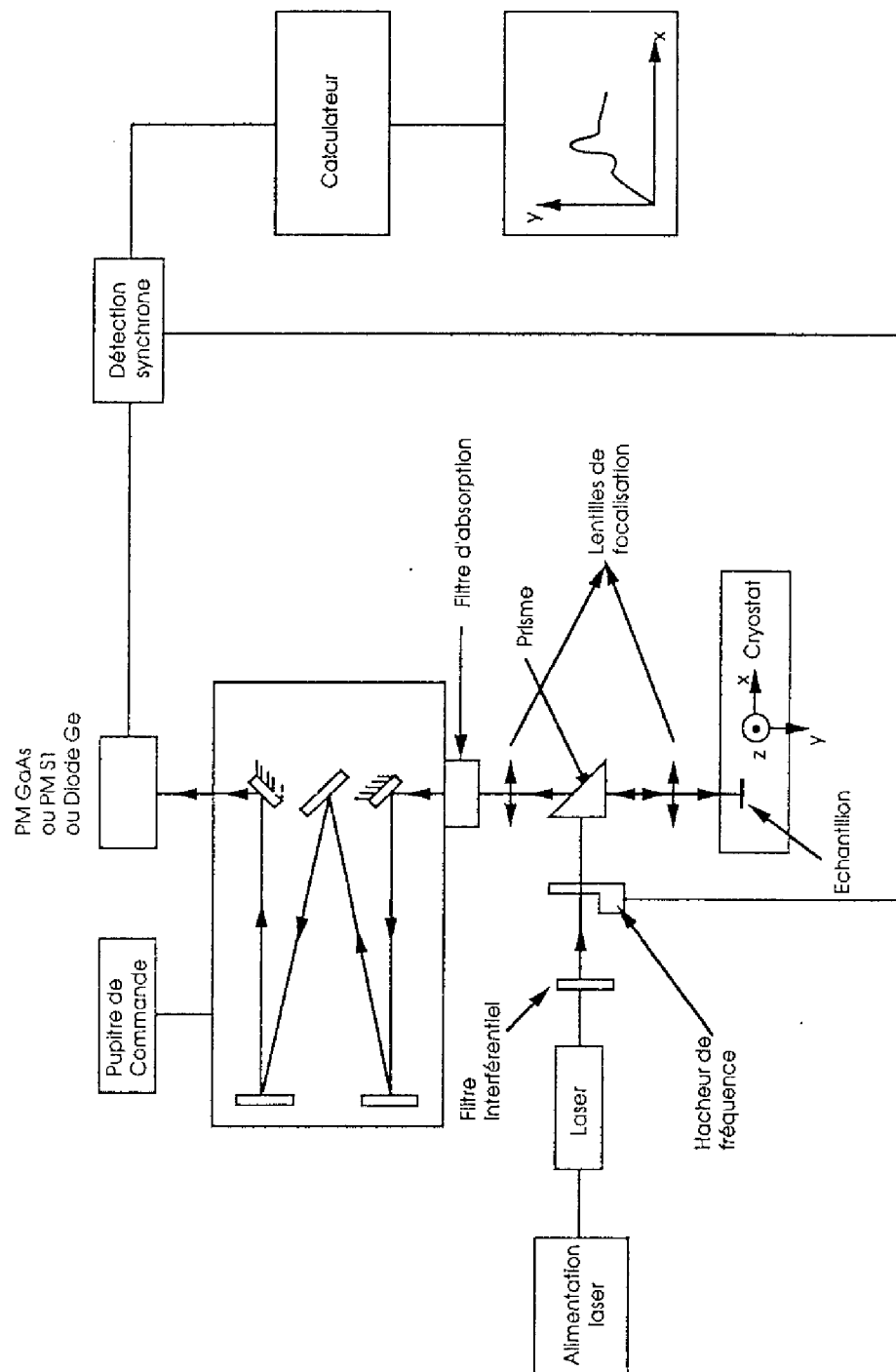
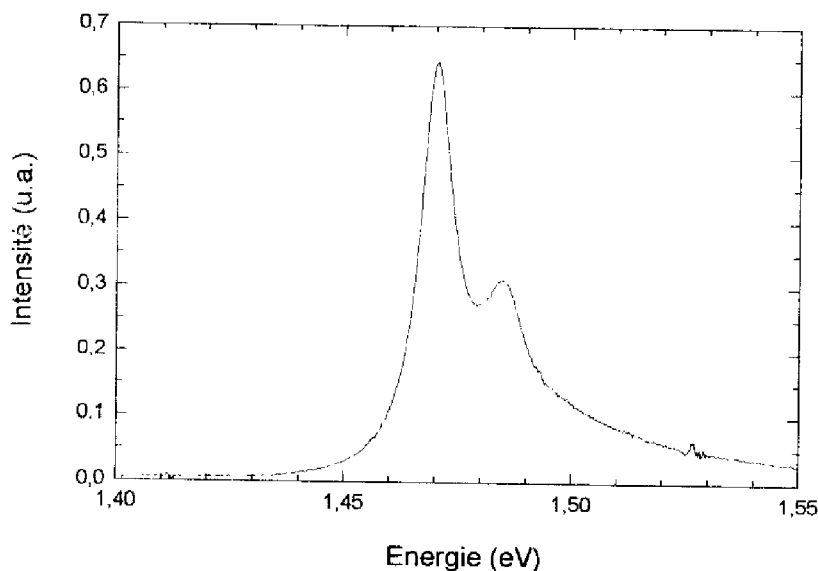


Figure 3-11: Montage expérimental utilisé pour la spectroscopie de photoluminescence

La figure 3-11 présente le dispositif expérimental dont nous disposons dans l'équipe pour nos études de PL. Les échantillons sont placés sur le doigt froid d'un cryostat à circulation d'hélium pour l'étude à 20 K. Ils sont excités par la raie verte d'un laser Argon à 514 nm.

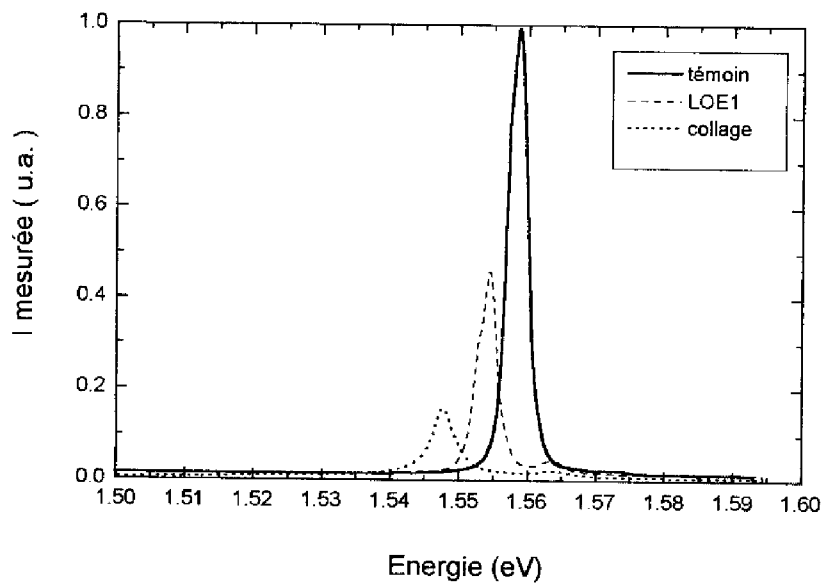
*b) résultats*

Sur la figure 3-12, est présenté le spectre de PL de l'échantillon témoin obtenu à température ambiante. Ce spectre est dominé par deux pics, l'un centré à 1,471 eV, l'autre à 1,485 eV. Le pic principal correspond à la transition  $e_1-hh_1$ , sa largeur à mi-hauteur est de 10 meV et son énergie est en accord avec sa position théorique à  $T=300$  K : la formule (1) donne 1,466 eV soit un écart de 0,3 %. Le pic secondaire correspond à la transition  $e_1-lh_1$  ( $h\nu = E_g + E_{e_1} + E_{lh_1}$ ), et apparaît à 1,485 eV (le calcul donne 1,481 eV, soit un écart de 0,3%).



**Figure 3-12 : Spectres de PL de l'échantillon témoin à 300 K**

Sur la figure 3-13 sont reportés les spectres de PL obtenus à 20 K sur deux échantillons reportés, l'un par collage et l'autre par LOE et sur l'échantillon témoin, réalisés dans les mêmes conditions expérimentales. Pour le témoin, le spectre comporte un seul pic intense, symétrique et fin, de largeur à mi-hauteur 3 meV, montrant le peu de dispersion dans l'épaisseur des puits lors de l'épitaxie (80 puits). Pour l'échantillon collé, on observe un décalage en énergie de 10 meV et une réduction de l'intensité d'un facteur 7. Par contre, le décalage en énergie pour l'échantillon reporté par LOE est moins important (4 meV) et s'accompagne d'une baisse moindre d'intensité (facteur 2).

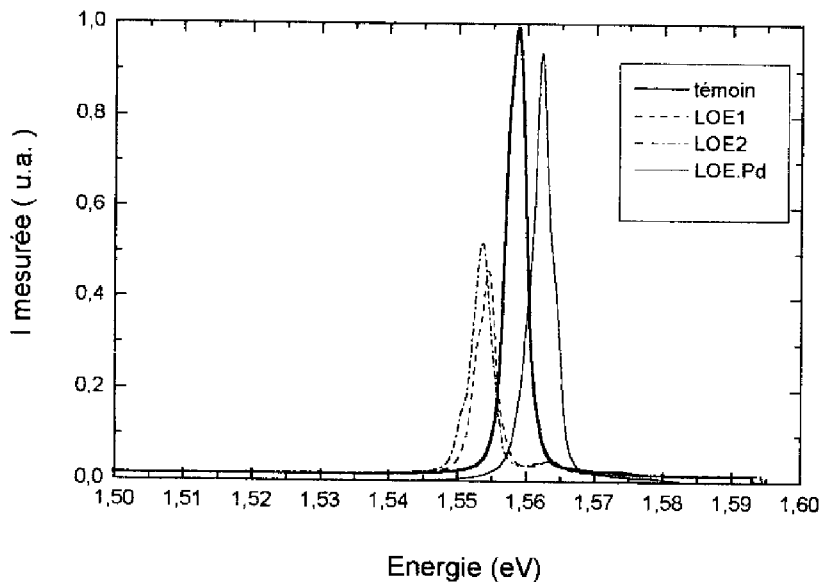


**Figure 3-13 : Etude à 20 K d'échantillons reportés par LOE ou collage  
Comparaison avec le témoin**

Nous avons également étudié un report sur substrat métallisé au palladium. La figure 3-14 montre que ce report n'induit pas de perte en intensité, que la raie reste symétrique et

que la largeur à mi-hauteur est conservée. Cependant, on observe un léger décalage (2 meV) vers les hautes énergies, contrairement aux reports étudiés précédemment.

Pour l'ensemble des reports, le décalage en énergie est faible et maximum pour l'échantillon collé. On imagine en effet que les 10  $\mu\text{m}$  de colle donnent un caractère rigide à l'interface entre la structure et son substrat d'accueil. La différence des propriétés thermiques des deux matériaux associés est à l'origine de la contrainte alors observée.



**Figure 3-14 : Etude à 20 K d'échantillons LOE**

Si nous comparons ces résultats avec les décalages obtenus pour des croissances hétéroépitaxiales telles que GaAs sur Silicium (plusieurs dizaines de meV), nous pouvons affirmer que les contraintes induites par les reports sont extrêmement faibles. Nous les évaluons toutes inférieures à 0,1 GPa d'après G. Landa et al. [7], la plus faible étant obtenue pour l'échantillon fabriqué par report sur substrat métallisé palladium.

La caractérisation par PL nous montre que le report n'induit pas de dégradation de la structure (qualité optique conservée). Le faible décalage en énergie traduit un état de contrainte minime. Ces résultats montrent que la technique LOE est à privilégier.

### *3.B.2.2 - caractérisation Raman*

#### *a) Principe et montage expérimental*

L'effet Raman sert à caractériser les fréquences et la symétrie des vibrations du réseau cristallin des semiconducteurs. Il est interprété comme étant dû à la diffusion des photons par les modes de vibration du réseau (phonons). La diffusion d'un photon par un cristal est en général un processus élastique qui conserve l'énergie du photon. En revanche, si le photon cède de l'énergie au cristal, il est diffusé avec une énergie plus faible. L'énergie cédée n'est pas quelconque mais correspond à un quantum de vibration du cristal. En outre, à des énergies plus faibles que celle de la raie de diffusion élastique, apparaissent des raies de diffusion Raman dites Stokes correspondant aux divers modes de vibration du cristal.

Dans les composés III-V, les structures dominantes du spectre Raman sont les phonons optiques longitudinaux (mode LO) et transverses (mode TO) du centre de la zone de Brillouin.

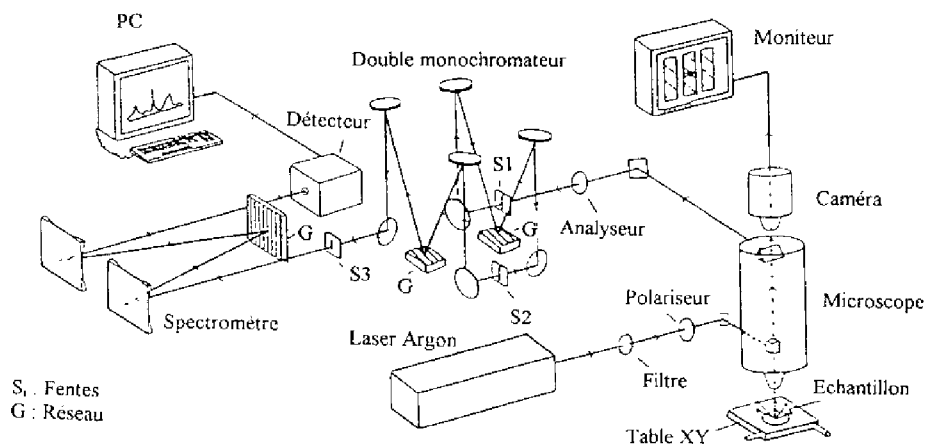
La diffusion Raman doit obéir aux règles de conservation, de sélection et de polarisation. Le non-respect de ces règles permet donc de mettre en évidence des défauts dans le semiconducteur. L'étude des vibrations peut ainsi rendre compte de la structure et de sa qualité cristalline. En particulier, la largeur et l'asymétrie des pics de résonance associés aux modes peuvent être modifiés par la présence de défauts. Le changement de

fréquence du mode LO correspond à une contrainte du cristal. Dans l'arséniure de gallium, cette contrainte est donnée par la formule suivante [8]:

$$\Delta\omega = -3,9 \sigma = -4,8.10^2 \frac{\Delta a}{a} // = 5,32.10^2 \frac{\Delta a}{a} \perp \quad (2)$$

où  $\Delta\omega$  est en  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\sigma$  en GPa

La figure 3-15 présente le montage expérimental utilisé. La longueur d'onde du laser Argon est de 488 nm.



**Figure 3-15 : Montage expérimental de spectroscopie Raman**

*b) résultats*

Les spectres Raman obtenus sur l'échantillon témoin, sur un échantillon collé et sur un reporté par LOE sur substrat de verre ont été portés sur la figure 3-16. Les mesures ont été effectuées au Laboratoire de Physique des Solides de l'UPS de Toulouse par J.Groenen.

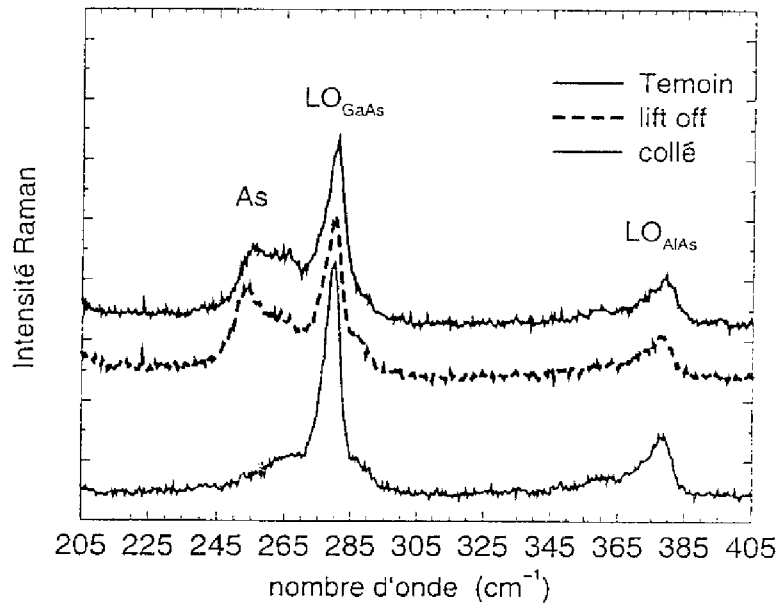


Figure 3-16 : Spectres Raman obtenus à 300 K

Sur les trois spectres, on retrouve la raie des phonons LO de GaAs et AlAs. La position et la forme de ces pics ne sont pas modifiées par le report. Nous avons mesuré des décalages en fréquence de  $-0,7$  et  $-0,5 \text{ cm}^{-1}$  respectivement pour l'échantillon collé et pour l'échantillon reporté par LOE sur verre par rapport à l'échantillon témoin. En utilisant la formule (2), la contrainte induite par le collage est de  $0,18 \text{ GPa}$  ( $\frac{\Delta a}{a} \perp = -1,4 \cdot 10^{-3}$ ) et de  $0,13 \text{ GPa}$  ( $\frac{\Delta a}{a} \perp = -1 \cdot 10^{-3}$ ) pour le LOE sur verre.

Nous avons également étudié un échantillon reporté sur un substrat métallisé au palladium (Cr/Pd sur verre). Le décalage en fréquence est inférieur aux cas précédent, ce qui conduit à une contrainte de 0,026 GPa.

### 3.B.2.3 - Caractérisation par diffraction de rayons X

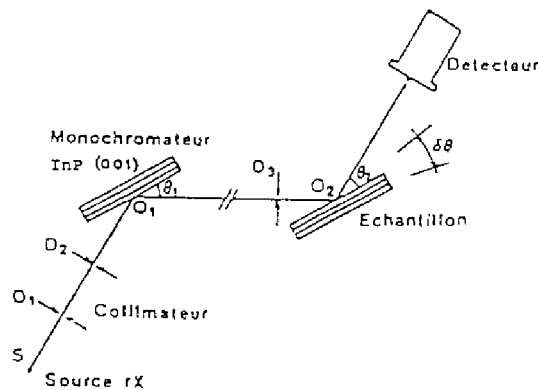
L'échantillon témoin et un échantillon reporté par LOE sur un substrat de verre recouvert d'une couche de chrome-palladium ont été étudiés au moyen de plusieurs configurations de diffraction de rayons X :  $\theta$ - $2\theta$ , DDX, 5-cristaux. (mesures effectuées au CNET Lannion par M. Baudet). Ces techniques de diffraction, non destructives, réalisables à l'air, permettent de caractériser des couches hétéroépitaxiales. Elles fournissent des informations sur le paramètre de maille, les contraintes introduites dans le cristal par la croissance, le report... On peut utiliser ces techniques dans le cas de couches uniques mais aussi dans le cas de couches multiples. Dans le cas des couches multiples, et plus particulièrement pour un empilement périodique de couches cristallines, on observe une double périodicité :

- une périodicité commune aux deux matériaux constituant la structure (la période étant la distance interréticulaire).
- une périodicité correspondant à l'empilement périodique de couches (la période étant la période de la multicouche).

La configuration de double diffraction X permet de déterminer la première périodicité avec des variations sur l'angle de Bragg très faibles. La configuration  $\theta$ - $2\theta$  permet de déterminer la seconde due à l'empilement des couches, avec des variations autour de l'angle de Bragg plus importantes.



Le schéma du dispositif utilisé pour la DDX est reporté figure 3-17. Après diffraction sur un cristal (InP(001)), le faisceau est diffracté en réflexion sur l'échantillon. On étudie donc la réflexion sur un plan parallèle à l'interface couche-substrat. La variation d'incidence est réalisée à l'aide d'un goniomètre autour de l'angle de Bragg, défini par  $2d \sin\theta = N\lambda$ , où  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement X employé,  $d$  la période formée par les plans cristallins.



**Figure 3-17 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour la DDX**

La courbe de l'intensité diffractée (profil de diffraction) en fonction de l'angle de rotation de l'échantillon (figure 3-18) donne deux pics de diffraction en ce qui concerne le témoin : un pic attribué au substrat et l'autre attribué à la couche épitaxiée. Ces deux pics sont séparés par un angle  $\Delta\theta$  dû au décalage d'angle de Bragg entre les deux réseaux cristallins et à la contrainte introduite entre la couche et le substrat. La variation du paramètre de maille est donnée par la formule :

$$\frac{\Delta d}{d} = \Delta\theta \cotan \theta \quad (3)$$

Dans le cas de l'échantillon reporté, seul le pic correspondant à la couche épitaxiée apparaît, (figure 3-18b), mais à la même valeur d'angle que lorsque le substrat est présent : la contrainte induite par le report est donc minimale. L'écart d'angle de Bragg mesuré entre le multipuits et le substrat étant de  $0,023^\circ$  (figure 3-18a), on en déduit, d'après (3) une différence de paramètre de maille  $\frac{\Delta a}{a} \perp$  entre la couche et le substrat de  $6,2 \cdot 10^{-4}$ .

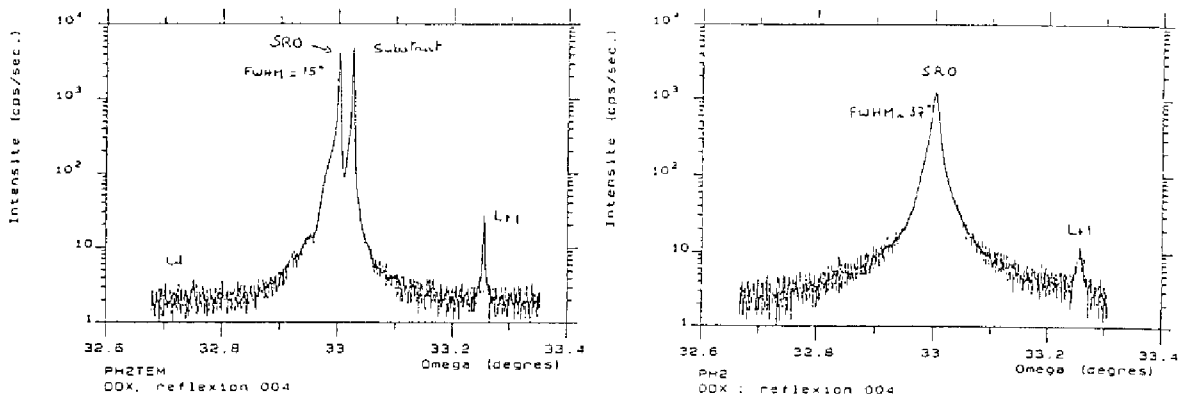


Figure 3-18 : Etude en DDX a) de l'échantillon témoin ; b) du report sur palladium

Pour déduire la contrainte induite par le report, il faut, à la contrainte mesurée sur l'échantillon reporté, soustraire la contrainte épitaxiale existante dans l'échantillon témoin :

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{report}} \perp - \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{témoin}} \perp = 2,6 \cdot 10^{-4} - 6,2 \cdot 10^{-4} = -3,6 \cdot 10^{-4}$$

Ce résultat montre que les couches relaxent (diminution du paramètre de maille  $\perp$ ) dans le cas du report, et qu'ainsi, le GaAlAs, non contraint par le substrat, a tendance à

mettre le GaAs en extension. La modification induite correspond à une contrainte égale à  $\approx 0,05$  GPa.

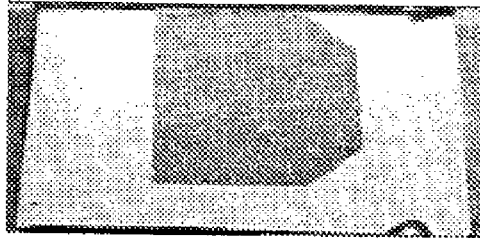
En résumé, les caractérisations de spectroscopie de photoluminescence, de diffraction de rayons X, et de spectroscopie Raman montrent que le report induit des contraintes faibles au regard de celles rencontrées en hétéroépitaxie. Les contraintes les plus faibles sont toujours obtenues pour l'échantillon fabriqué par report sur substrat métallisé palladium, et les plus élevées sont obtenues pour l'échantillon fabriqué par collage.

### ***3.B.3 - Comparaison des deux techniques de report utilisées***

Les diverses caractérisations que nous avons menées nous permettent de comparer les deux techniques de report mises au point.

En ce qui concerne la mise en œuvre, la technique du collage est plus aisée. De larges surfaces de collage sont facilement réalisables. Au contraire, la technique du LOE requiert minutie, habileté et expérience de la part de l'expérimentateur : la maîtrise de l'épaisseur, de la cuisson de la cire, le clivage des bords de la structure, et l'utilisation du dispositif LOE dans un environnement propre sont autant de paramètres influant sur la réussite du procédé.

Cependant, nous avons récemment reporté une couche épitaxiée de  $1 \text{ cm}^2$  sur un substrat métallisé au palladium sans difficulté majeure (Figure 3-21).



**Figure 3-21 : Photographie (Grossissement : x3 environ) d'une couche reportée sur un substrat métallisé palladium. Surface réelle est d'environ 1 cm<sup>2</sup>.**

Pour ce qui est de l'interface substrat hôte-couche épitaxiée, l'attrait principal de la technique du LOE réside dans le fait qu'il n'y a pas de matériau intermédiaire (hormis une couche d'oxyde de très faible épaisseur). Ceci assure un bon contact thermique et un bon couplage optique, importants pour les applications. Le report par LOE sur substrats métallisés permet en outre de fournir naturellement un contact arrière à la structure. Dans la méthode du collage, les quelques microns de colle liant film épitaxié et substrat d'accueil nous privent de ces atouts. De plus, la colle supporte mal les recuits et les solvants. Il est donc difficilement envisageable de mener des étapes de photogravure sur un report effectué par cette technique. Le LOE est applicable au cas de reports de composants ou dispositif isolés sur une réservation ménagée sur le substrat hôte (voir par exemple la technique de LOE modifiée mise au point à Georgia Tech, USA [9],[10])

Enfin, du point de vue des modifications induites par le report, la technique du LOE est celle qui apporte le moins de contraintes dans les couches reportées.

Nous avons souligné au Chapitre 1 l'intérêt d'utiliser le champ électrique dans nos structures pour la modulation d'absorption. Comme nous venons de le voir, la technique du LOE s'avère être la plus adaptée pour l'application de ce champ. Nous allons détailler ci-dessous les diverses étapes pour la réalisation du dispositif final.

### **3.C - Adaptation de la technique du LOE en vue de l'application d'un champ électrique**

#### ***3.C.1 - compatibilité avec l'utilisation en transmission***

Nous avons mis au point un ensemble de techniques et de moyens rendant compatibles la présence d'électrodes avec l'utilisation des structures en transmission :

- le dépôt par évaporation d'électrodes semi-transparentes afin de réaliser nous-mêmes des couches semi-transparentes (épaisseur de l'ordre de 100 Å). Le palladium, le titane et l'or ont été étudiés et un bâti d'évaporation a été étalonné. Le palladium est déposé sur le substrat d'accueil et intervient lors du report pour fournir l'électrode arrière au dispositif. Les deux derniers métaux servent au dépôt de l'électrode supérieure. Le titane est utilisé pour améliorer l'adhérence de l'or sur GaAs. De plus, il forme une barrière naturelle à la diffusion de l'or dans GaAs permettant d'obtenir de meilleurs contacts Schottky.

- le report de couches épitaxiées par LOE sur des substrats transparents recouverts d'électrodes semi-transparentes, qui fournissent naturellement le contact arrière au dispositif

- le dépôt d'une électrode semi-transparente par photolithographie sur le film reporté sans endommager le report, qui donne le contact supérieur au dispositif et qui permet finalement l'application d'une tension.

### ***3.C.2 - Mise au point de la fabrication d'un dispositif avec électrodes***

Les premiers reports ont été effectués sur des substrats de verre recouverts d'une couche d'ITO faisant office d'électrode inférieure. Des échantillons d'environ 5 mm de côté ont été décollés de leur substrat GaAs puis reportés suivant la procédure décrite § 3.A.2. Ensuite, nous avons réalisé le dépôt d'une électrode supérieure par photogravure à l'aide d'une résine réversible. Cependant, le recuit de la résine à 100°C a dégradé sérieusement le report : de grosses bulles sont apparues sous la couche épitaxiée. Effectuer une photogravure sur une couche épitaxiée adhérant par les seules forces électrostatiques sur son substrat d'accueil est impossible. L'alternative de la formation de l'électrode supérieure est de la déposer avant d'effectuer le Lift-Off Epitaxial. Nous avons donc défini un masque de photogravure comportant des carrés de 1,5 mm de côté afin de déposer l'électrode supérieure. L'étape du report de la structure a été menée, la cire Apiezon protégeant l'électrode supérieure tout au long du processus. A ce stade, l'étape de prise des contacts a dégradé le composant : la laque à l'argent, utilisée pour prendre ces contacts sur nos prototypes, crée en séchant des forces de tensions suffisamment importantes pour décoller localement la couche reportée.

Nous en avons déduit que l'adhérence d'une couche reportée par LOE sur un substrat d'accueil doit être renforcée dès lors qu'un processus tel que la photolithographie intervient après le report. Par ailleurs, les résultats précédents ayant montré le renforcement

de l'adhérence des reports sur substrats métallisés palladium, l'utilisation de ce type de substrat permet de palier ces problèmes. Des dispositifs polarisables, que nous présentons § 3.C.3, ont alors été réalisés par report LOE sur substrat métallisé palladium. Ils ne se sont pas dégradés au cours du temps.

### 3.C.3 - Dispositif final

Après avoir résolu les problèmes technologiques rencontrés, la réalisation du dispositif final, schématisé figure 3-22, se déroule suivant trois étapes :

- LOE : report de la structure sur un substrat métallisé palladium,
- Dépôt après photogravure d'un électrode semi-transparente de 1,5 mm de côté, et d'épaisseur 100 Å (caractéristiques optiques données au chapitre 4),
- Pose de fils par collage à la laque à l'argent.

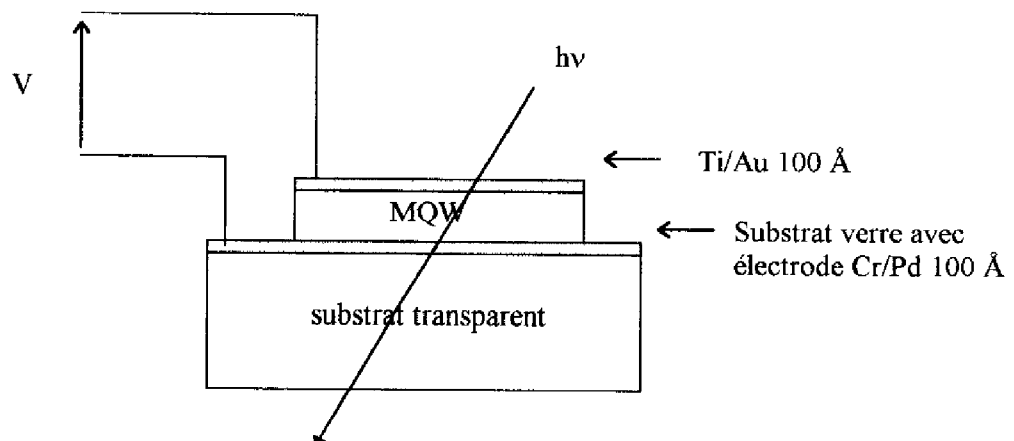


Figure 3-22 : Dispositif final pouvant être polarisé

Les diverses étapes maîtrisées permettent donc l'application d'une tension  $V$  aux bornes du dispositif par le biais de deux contacts Schottky.

### **3.D - Conclusion**

Nous avons décrit dans ce chapitre deux techniques de report de couches épitaxiées sur substrats arbitraires : le collage et le Lift-Off Epitaxial. Pour cette dernière technique, nous avons été amené à développer et à réaliser un montage expérimental. La maîtrise des étapes technologiques successives, nous a permis de réaliser des reports d'excellente qualité sur une surface de  $1\text{cm}^2$ .

La tenue mécanique et les contraintes induites par le report ont été étudiées et comparées pour deux types de dispositifs :

- des structures reportées sur verre ou saphir
- des structures polarisables reportées sur substrat transparent métallisé.

Ces comparaisons nous ont conduit à retenir le report LOE sur palladium pour la fabrication de dispositifs polarisables dont l'étude électro-optique est menée au chapitre 4.



**Références bibliographiques du chapitre 3**

- 1 I. Pollentier, P. Demeester, P.V. Deale  
Tenth Annual European Optic Communications and Local Area Network Conference.  
La Maison de la Chimie, Paris (1992)
- 2 M. Konagai, M. Sugimoto, K. Takahashi  
Journal of Crystal Growth **45** (1978), 277
- 3 E. Yablonovitch, T. Gmitter, J.P. Harbison, R. Bhat  
Applied Physics Letters 51, **26** (1987), 2222.
- 4 P. Demeester, I. Pollentier, P. de Dobbelaere, C. Brys, P. Van Daele  
Semicon. Sci. Technol. 8 (1993), 1124
- 5 E. Yablonovitch, T. Sands, D.M. Hwang, I. Schnitzer, T.J. Gmitter, S.K. Shastry,  
D.S. Hill and J.C.C. Fan  
Applied Physics Letters 59, **24** (1991), 3159.
- 6 H.F. Chuang, C.P. Lee, D.C. Liu  
Journal of Electronic Materials, Vol 24, n°6 (1995), 767
- 7 G. Landa, R. Carles, C. Fontaine, E. Bedel, A. Muñoz-Yagüe  
Journal of Applied Physics Vol.66, n°1 (1989), 196
- 8 A. Mlayah  
Thèse de Doctorat de l'Université Paul Sabatier, 1991
- 9 C. Camperi-Ginestet, M. Hargis, N. Jokerst, M. Allen  
IEEE Trans. Phot. Tech. Lett. Vol.3, n°12 (1991), 1123
- 10 C. Camperi-Ginestet, Y.W. Kim, N. Jokerst, M. Allen  
IEEE Phot. Tech. Lett. Vol.4, n°9 (1992), 1123

## **Chapitre 4**

### **Propriétés électriques et optiques des dispositifs**



Après avoir mis au point toutes les étapes technologiques et ainsi démontré la faisabilité des composants défecteurs, nous avons réalisé deux types de dispositifs dont la variante concerne le substrat d'accueil.

Ce chapitre est consacré à la validation expérimentale de l'étude que nous avons menée. Les caractéristiques propres aux différents dispositifs sont mesurées par des expériences de réseaux transitoires photoinduits de type plasma. Pour les dispositifs pouvant être polarisés, nous les étudions en transmission sous champ électrique, en régime continu puis en régime pulsé, après une caractérisation électrique. Nous examinons plus particulièrement le phénomène de l'écrantage du champ par les porteurs photogénérés en régime picoseconde.

### 4.1 - Dispositifs étudiés

Nous avons caractérisé deux types de dispositifs schématisés figure 4-1 que nous désignerons par la suite :

- dispositifs A : structures à multipuits quantiques reportées sur substrats transparents non métallisés. Nous noterons (I) les structures ayant subi un bombardement de protons.

- dispositifs B : structures à multipuits quantiques reportées sur substrats transparents recouverts d'une électrode semi-transparente de palladium, possédant (ou non) une électrode supérieure Ti/Au, et donc susceptibles d'être polarisées. Nous noterons (BT) les structures dont les puits et les barrières sont élaborées à base de matériau basse température.

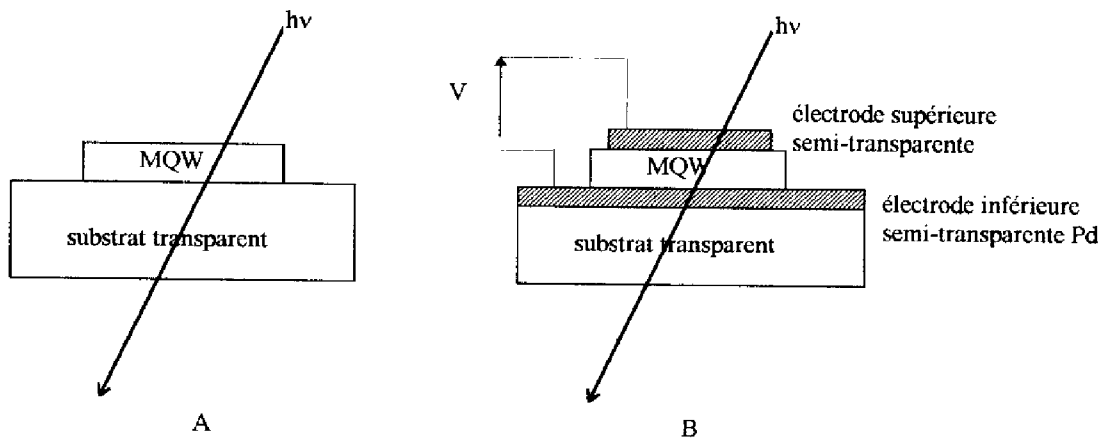


Figure 4-1 : Schéma des dispositifs A et B

## 4.2 - Caractéristiques électriques

Avant d'étudier l'effet du champ électrique sur les propriétés des dispositifs B, nous nous sommes assurés de la qualité des contacts Schottky. Les caractéristiques courant-tension  $I(V)$  et capacité-tension  $C(V)$  ont été relevées. Ces caractéristiques sont reportées sur la figure 4-2 pour un dispositif B et sur la figure 4-3 pour un type B(BT).

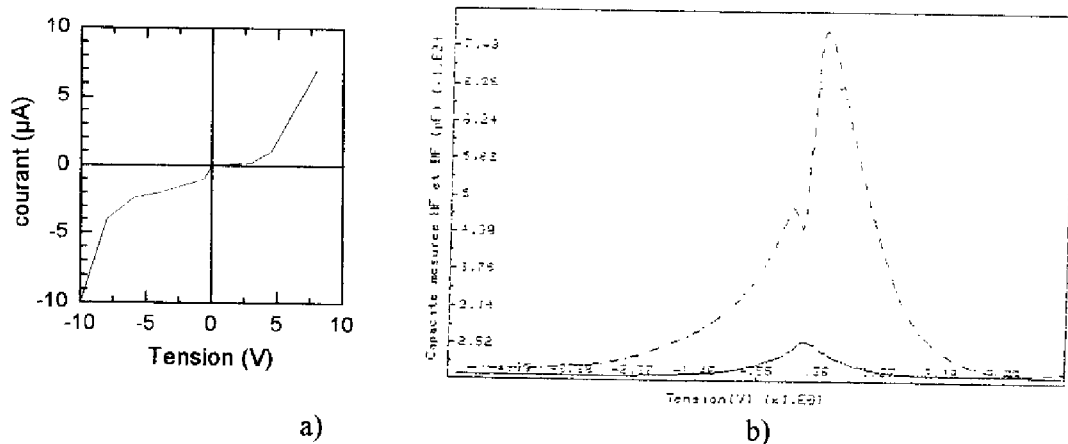


Figure 4-2 : a)  $I(V)$  et b)  $C(V)$  pour un dispositif B

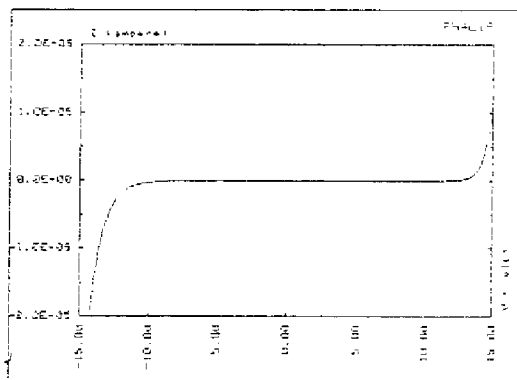
Les lignes en pointillés représentent les valeurs obtenues en basse fréquence (1 KHz), les lignes pleines celles obtenues en haute fréquence (1 Mhz).

Nous constatons que les graphes correspondent au comportement de deux diodes Schottky tête-bêche, ce qui est en accord avec la structure électrique du dispositif. Nous remarquons en particulier que :

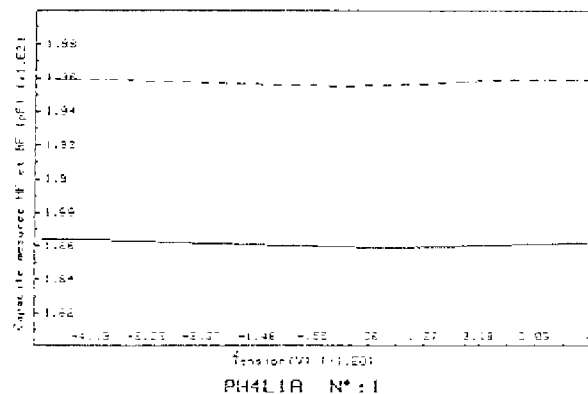
- le courant de fuite est inférieur à 5  $\mu\text{A}$  jusqu'à  $\pm 7$  volts, pour une surface de contact de  $2,25 \text{ mm}^2$ , ce qui équivaut à une densité de courant de  $J = 2,2 \cdot 10^{-4} \text{ A/cm}^2$ ,

- la capacité tend vers une valeur minimum  $C_{\text{min}} \approx 125 \text{ pF}$  dès que l'une des deux diodes se trouve en polarisation inverse. Cette valeur correspond à une structure

totalemt déplétée : 
$$C = \frac{\epsilon S}{W_{\text{max}}} = \frac{13 \cdot 8,85 \cdot 10^{-14} \cdot 2,25 \cdot 10^{-2}}{2,2 \cdot 10^{-4}} = 120 \text{ pF}$$



a)



b)

**Figure 4-3 : a) I(V) et b) C(V) pour un dispositif B(BT)**

Dans le cas des dispositifs B(BT) ( figure 4-3), le courant de fuite est d'environ  $0,3 \mu\text{A}$  en-dessous de  $\pm 10 \text{ V}$ , donc bien inférieur à celui du dispositif B. La capacité est pratiquement indépendante de la tension appliquée et avoisine les  $200 \text{ pF}$  en basse

fréquence. Le dispositif se comporte plus comme une résistance que comme une capacité, ce qui paraît normal au regard de la grande résistivité du matériau B.T.

Ces mesures constituent une première validation de la mise en oeuvre des technologies utilisées (photogravure, contacts). Les échantillons B(BT) sont plus performant en termes de courant de fuite et de champ de claquage. Les faibles courants de fuite montrent que la tension s'applique bien à la structure permettant une étude de modulation des propriétés de ces dispositifs avec le champ électrique.

### **4.3 - Transmittance en régime continu**

Nous allons décrire le montage expérimental utilisé pour la transmittance en régime continu, puis nous présenterons les spectres obtenus et discuterons les résultats afin d'apprécier l'influence du champ électrique. Cette étude permet de prévoir les longueurs d'onde optimales de fonctionnement des dispositifs réalisés.

#### ***4.3.1 - Montage expérimental***

La figure 4-4 montre une vue schématique du dispositif expérimental utilisé. Une lampe halogène de 50 W fournit la source de lumière blanche qui est focalisée à l'aide d'une lentille de 80 mm sur la fente d'entrée d'un monochromateur de type Jobin-Yvon HR1000. Le faisceau lumineux issu du monochromateur est focalisé par un objectif de microscope sur le composant. Le signal transmis est détecté à l'aide d'une photodiode Silicium et acquis par le biais d'une détection synchrone. Cette acquisition du signal se fait de façon

automatique, le moteur pas à pas du monochromateur étant piloté par ordinateur. Les mesures sont effectuées à température ambiante.

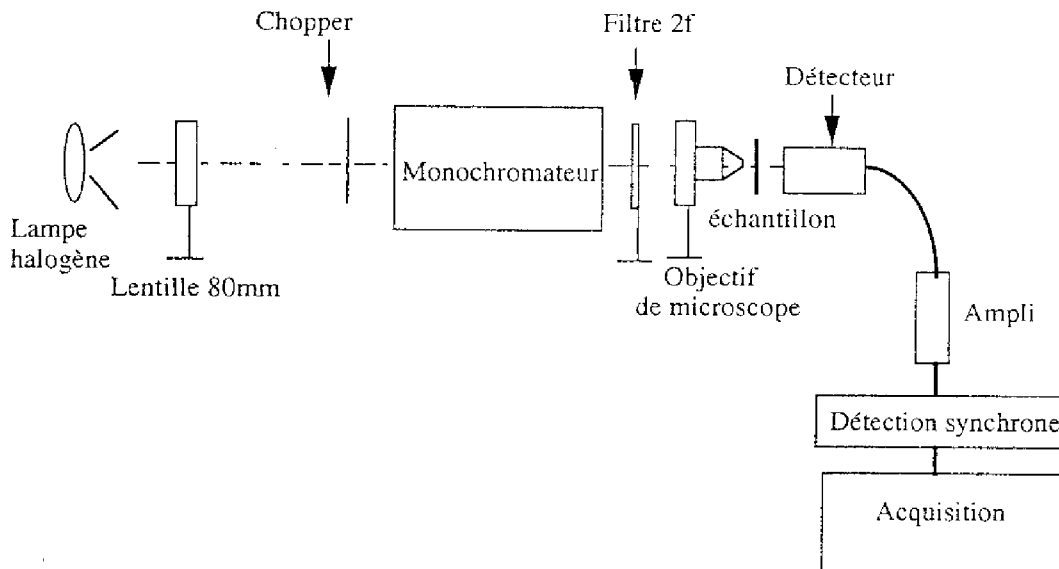


Figure 4-4 : Schéma du montage expérimental de transmission/électroabsorption

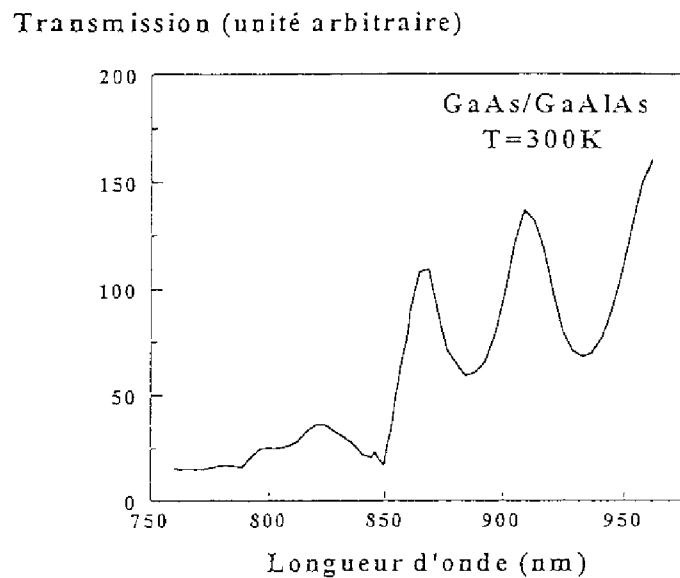
#### 4.3.2 - Spectres de transmission obtenus

Les spectres de transmission sont normalisés par rapport au spectre de transmission de la source réalisé dans les mêmes conditions.

##### 4.3.2.a - sans champ



Le spectre de transmission d'une structure reportée sur verre est présentée sur la figure 4-5 . Il comporte des oscillations Fabry-Pérot dues à la présence de la couche de GaAlAs supérieure. On distingue cependant l'absorption excitonique près de la bande interdite qui se traduit par un minimum de transmission à  $\lambda = 850$  nm.



**Figure 4-5 : Spectre de transmission d'une structure reportée sur verre**

Dans le cas des dispositifs B, les spectres ne présentent pas d'oscillations Fabry-Pérot comme le montre la figure 4-6. Les niveaux  $e_1-hh_1$  et  $e_1-lh_1$  apparaissent clairement à  $\lambda = 842,5$  nm ( $E = 1,472$  eV) et  $\lambda = 835$  nm ( $E = 1,485$  eV) respectivement. Ces valeurs sont parfaitement en accord avec celles trouvées par spectroscopie de photoluminescence. De plus, elles corroborent les valeurs calculées au chapitre 3 § 3.B.2.1.

Par contre, les spectres des dispositifs B(BT) ne présentent pas de pics d'absorption excitonique. En outre, leur transmittance est plus faible que celle des échantillons élaborés à  $600^\circ\text{C}$  : elle est divisée par un facteur 6.

4.3.2.b - avec champ

L'application d'une tension permet d'effectuer des mesures de modulation électro-optique. Les spectres de transmission des dispositifs B ont été enregistrés en fonction de la tension appliquée. La figure 4-6 reporte les spectres de transmission relevés à tension nulle, sous 5 et 8V.

L'application d'une tension au dispositif entraîne un décalage des spectres vers le rouge, c'est-à-dire vers les faibles énergies.

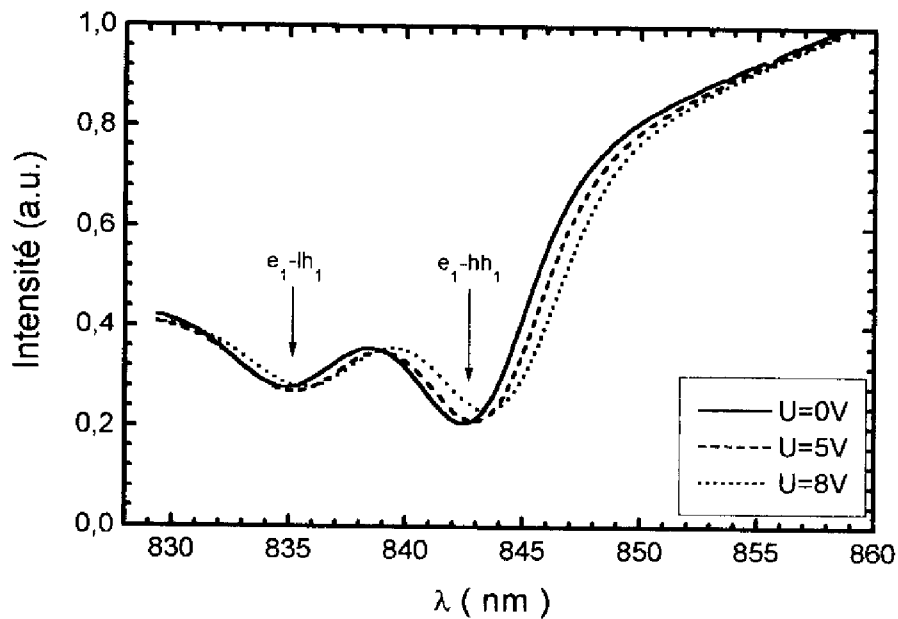
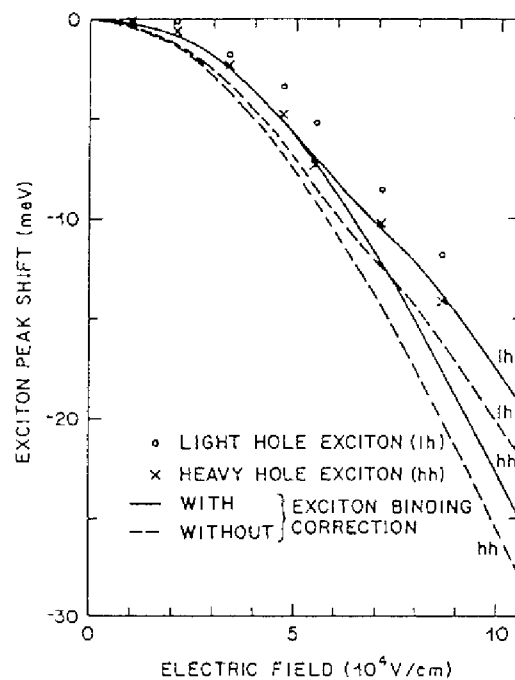


Figure 4-6 : Spectres de transmission relevés sous 0, 5, et 8 V

Pour 5 V appliqués, le décalage en énergie est de 1 meV, il atteint 2 meV pour 8 V appliqués. Dans ce dernier cas, nous estimons le champ régnant dans la structure à  $2,7 \cdot 10^4$  V/cm. Ces résultats sont en parfait accord avec la littérature. En effet Chemla et al. [1] ont

reporté des résultats similaires pour des puits de GaAs de 95 Å (donc de largeur quasiment identique aux nôtres), avec un champ électrique appliqué perpendiculairement aux puits (Figure 4-7).

Les points représentent les valeurs expérimentales, les lignes les valeurs calculées. Les lignes pleines tiennent compte de la correction de l'énergie de liaison de l'exciton due au mouvement des électrons et des trous dans des directions opposées.



**Figure 4-7 : Décalage de la position des pics excitoniques pour les trous légers (lh, o) et les trous lourds (hh, x) sous l'effet d'un champ électrique appliqué perpendiculairement aux puits (95 Å). [1]**

Nous pouvons calculer la variation d'absorption correspondante par la formule classique :

$$\Delta\alpha = -\frac{1}{L} \ln\left(1 + \frac{\Delta T}{T}\right) \quad (1)$$

où  $\Delta T = T(E) - T(0)$  est la différence entre transmission sous champ et transmission à champ nul, et  $L$  représente l'épaisseur de matériau excitée, en l'occurrence l'épaisseur des puits ( $0,768 \mu\text{m}$ ).

Nous pouvons, pour chaque longueur d'onde, calculer la variation d'absorption grâce à l'équation (1) et ce, pour deux tensions appliquées. Cette variation est reportée sur la figure 4-8. Elle atteint  $+4500 \text{ cm}^{-1}$  à  $845 \text{ nm}$  (correspondant à un minimum de transmission), et  $-3500 \text{ cm}^{-1}$  à  $842 \text{ nm}$  (correspondant à un maximum de transmission), sous  $8 \text{ V}$ . Ces extrema se situent près de la résonance excitonique de la structure.

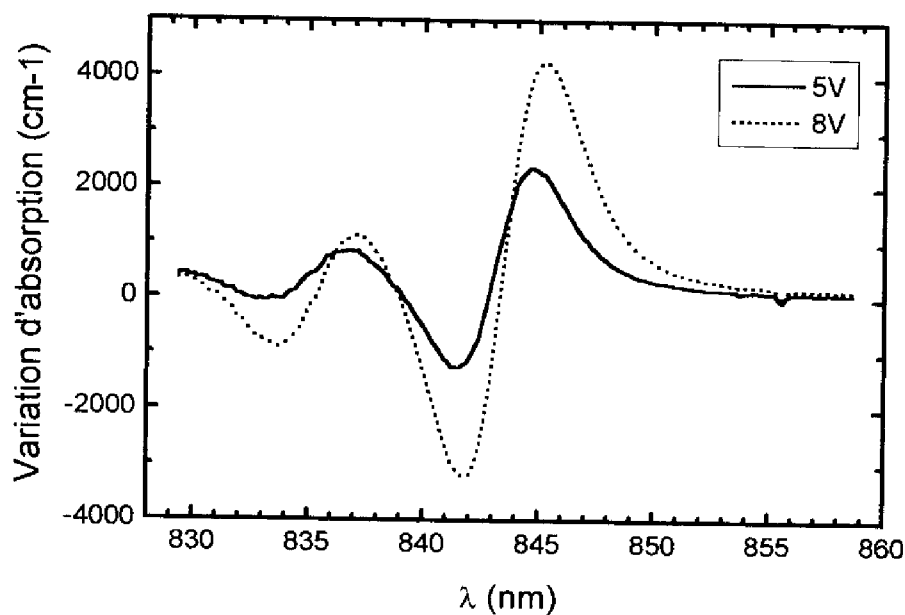


Figure 4-8 : Variation d'absorption liée à la tension appliquée

Les variations d'absorption induites par l'application d'un champ électrique externe montrent qu'il est possible de réaliser une différence d'absorption entre des zones où le

champ serait inchangé et des zones où le champ serait diminué par l'écrantage dû aux porteurs photogénérés. Nous avons vu l'intérêt de ce phénomène au chapitre 1.

Nous avons bien observé une modulation des caractéristiques optiques de nos dispositifs en fonction du champ électrique externe appliqué. Ces résultats valident la technologie de report LOE employée et le choix des électrodes semi-transparentes métalliques. Les mesures d'électroabsorption effectuées montrent que l'effet d'écrantage du champ électrique devrait être plus marqué pour les longueurs d'onde  $\lambda = 842$  nm et  $\lambda = 845$  nm lors des expériences de réseaux transitoires en régime pulsé.

Nous allons voir dans ce paragraphe que le champ électrique peut être écranté en régime pulsé picoseconde. Mais au préalable, nous présentons les expériences de type plasma, qui permettent de tester optiquement les structures afin d'apprécier leur cinétique de diffraction.

#### 4.4 - Réseaux transitoires en régime pulsé picoseconde

##### 4.4.1 - Montage expérimental

Les expériences de réseaux transitoires en régime pulsé picoseconde sont des manipulations proches de l'application visée. Elles consistent à faire interférer deux faisceaux à la surface de l'échantillon (pompes) de manière à écrire un réseau de diffraction dans le matériau, et à faire diffracter un troisième faisceau (sonde) par interaction avec le réseau précédemment inscrit. Les faisceaux de *pompe* permettent donc l'écriture d'un réseau qui définit la direction du faisceau de *sonde*.

L'impulsion de sonde peut être retardée par rapport aux impulsions des faisceaux de pompe au moyen d'une ligne à retard placée sur son trajet optique (le retard est réglable de 0 à 3 ns dans notre dispositif expérimental). La cinétique de diffraction est mesurée en modifiant le retard de la sonde par rapport aux pompes.

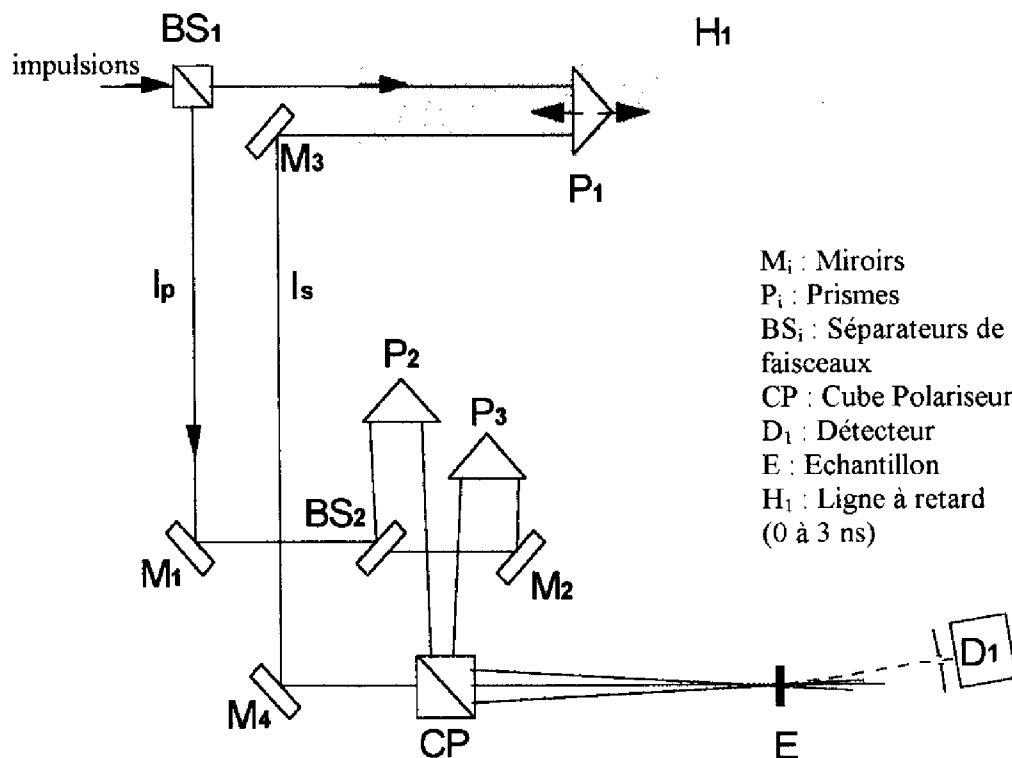
Les impulsions de pompe sont produites par un Générateur Optique Paramétrique dans une gamme de longueurs d'onde allant de 700 à 2300 nm. La durée des impulsions est d'environ 20 ps avec une fréquence de répétition de 10 Hz.

La figure 4-9 montre une vue schématique du dispositif expérimental. Les faisceaux de pompe forment un angle de faible valeur avec la normale à l'échantillon.

Le réglage de l'angle permet de changer le pas du réseau :

$$\Lambda = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde de la source, et  $\theta$  le demi-angle entre les faisceaux de pompe.



**Figure 4-9 : Schéma du montage utilisé lors des expériences de réseaux transitoires photoinduits**

Quant à la sonde, elle est dirigée normalement à l'échantillon. Nous avons effectué des expériences de réseaux transitoires avec des énergies de sonde toujours de l'ordre de 10 fois plus faibles que les énergies de pompe afin de ne pas perturber le réseau diffractant

inscrit. Les énergies sont mesurées à l'aide d'un joulemètre. L'intensité des signaux est mesurée avec un détecteur Silicium et visualisée sur un oscilloscope.

#### ***4.4.2 - Expériences de réseaux transitoires sans utilisation du champ électrique : manipulations de type plasma***

Dans ce type d'expérience, le réseau est créé par la présence d'un plasma électron-trou obtenu par photogénération. Ce plasma induit un réseau de diffraction dans le semiconducteur dont l'efficacité dépend surtout du nombre de porteurs injectés (Cf. chapitre 1 § 1.4.1). Le temps de maintien du réseau  $\tau_{\text{réseau}}$  dépend de la durée de vie  $\tau$  et du

temps de diffusion latérale  $\frac{\Lambda^2}{4\pi D_a}$  des porteurs [2] :

$$\frac{1}{\tau_{\text{réseau}}} = \frac{1}{\tau} + \frac{4\pi D_a}{\Lambda^2}$$

où  $D_a$  est la diffusion ambipolaire et  $\Lambda$  le pas du réseau.

Comme les pas de réseau sont choisis de façon à minimiser ces phénomènes de diffusion latérale de porteurs, le temps de maintien du réseau est égal à la durée de vie des porteurs. D'autre part, la diffraction étant proportionnelle au carré de la variation  $\Delta n$ , elle-même proportionnelle à la densité de plasma  $\rho$ , la cinétique de diffraction  $\tau_\eta$  est telle que :

$$\tau_{\text{réseau}} = \tau = 2 \cdot \tau_\eta.$$

L'efficacité de diffraction  $\eta_{\text{eff}}$  mesurée est déduite du rapport défini par :

$$\eta_{\text{eff}} = \frac{\text{Intensité du signal du premier ordre diffracté}}{\text{Intensité du signal transmis}}$$



La figure 4-10 montre la cinétique de diffraction mesurée à 834 nm sur l'un de nos dispositifs A reporté sur verre.

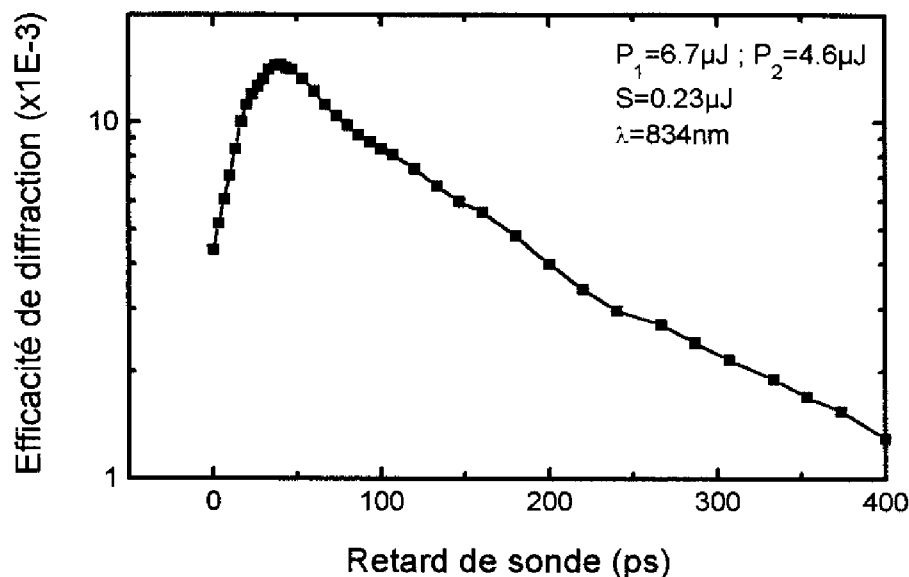
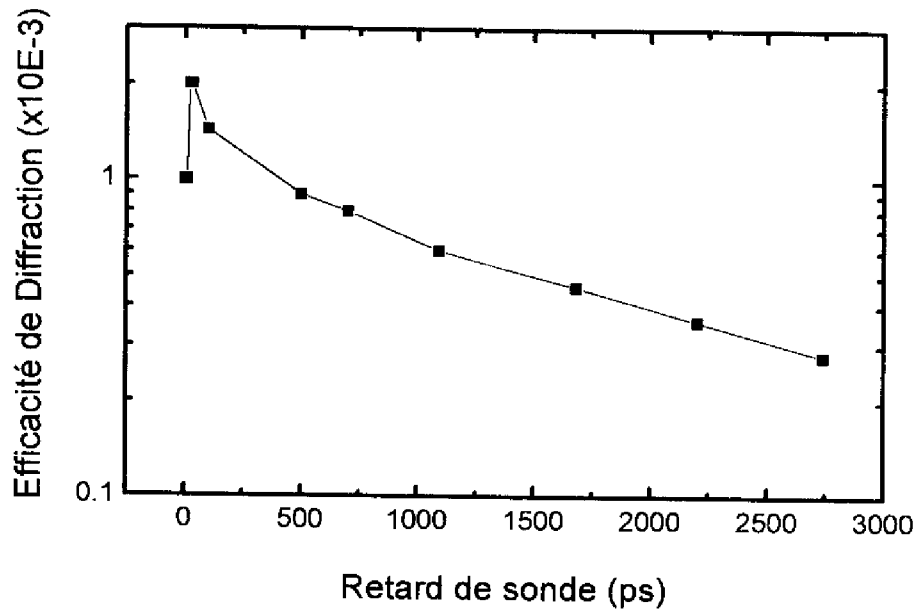


Figure 4-10 : Cinétique de diffraction d'un dispositif A reporté sur verre

Le réseau se crée en un temps bien inférieur aux 40 ps de l'apparente montée de la diffraction, due à l'impulsion du laser. Le maximum d'efficacité de diffraction atteint 1,4 % à  $\lambda = 834 \text{ nm}$ , pour une énergie de pompe de  $2 \pm 1 \text{ mJ/cm}^2$  (l'incertitude est liée à la difficulté d'appréhender l'aire du faisceau à la surface de l'échantillon).

La décroissance de l'efficacité de diffraction du réseau est de la forme  $\exp(-t/\tau_n)$  où  $\tau_n$  représente le temps de déclin du réseau. Pour ce type de dispositif, nous obtenons un temps de déclin de 170 ps, qui correspond à une durée de vie des porteurs de 340 ps. D'après les formules simplifiées données au chapitre 1, nous estimons la variation d'indice créant le réseau à  $\Delta n = 3,9 \cdot 10^{-2}$ , en ne considérant que cette contribution.

Des dispositifs B, sans électrode supérieure, ont été également caractérisés, leur cinétique de diffraction est présentée sur la figure 4-11.



**Figure 4-11 : Cinétique d'un dispositif B reporté sur un substrat transparent métallisé au palladium**

Le maximum d'efficacité de diffraction est de 0,2 %. Nous avons déduit de ces mesures un temps de déclin de 2 ns, qui correspond à une durée de vie de 4 ns. Ce temps de déclin se situe dans une gamme tout à fait exploitable pour les applications de déflexion (Cf. chapitre 1).

Si on compare la durée de vie obtenue pour un dispositif A et un dispositif B, nous constatons une augmentation d'un facteur 10. Nous attribuons cette augmentation à l'amélioration de la qualité de l'interface substrat d'accueil-structure épitaxiée par l'utilisation de substrats recouverts de palladium.

Nous avons également étudié des dispositifs réalisés à partir de structures à base de puits quantiques protonées. Les premiers essais, menés avec des doses de protons de  $10^{12}$   $\text{cm}^{-2}$  et de  $5 \cdot 10^{12}$   $\text{cm}^{-2}$ , (Cf. chapitre 2), n'ont pas montré de changement probant sur la cinétique des réseaux. Il faut atteindre des doses de  $10^{13}$  protons/ $\text{cm}^2$  pour observer un effet lié à l'implantation. Nous avons constaté que le temps de déclin est alors réduit à 80 ps : il est donc divisé par deux après implantation. La durée de vie est diminuée par suite de l'introduction de défauts de type centres recombinants dans le matériau.

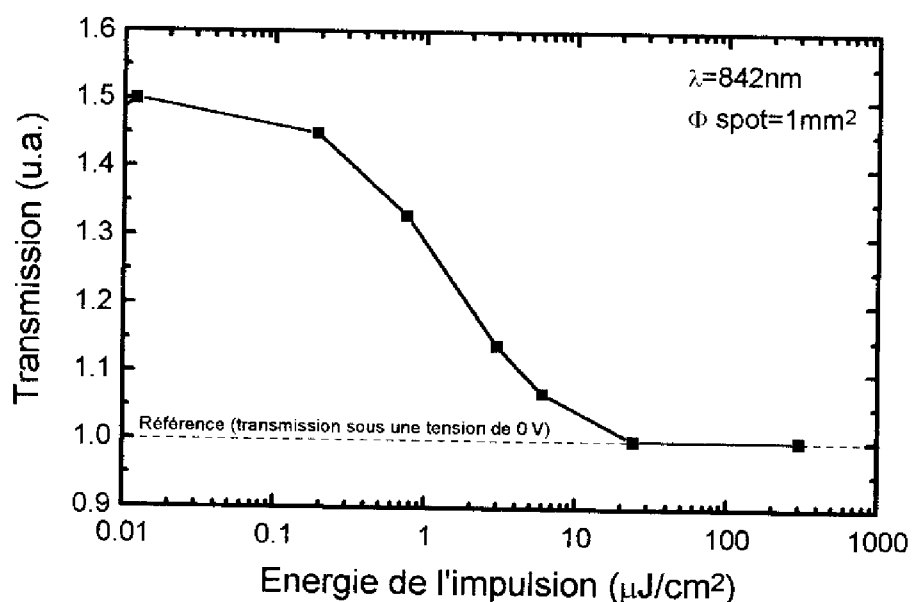
Ces résultats montrent qu'il est possible d'ajuster la cinétique d'un composant en implantant des protons dans la structure épitaxiée. Cependant, l'implantation de protons ne peut aller que dans le sens d'une diminution du temps de déclin du réseau. En outre, sa marge d'utilisation est réduite en dose et en énergie (Cf. chapitre 3). Par ailleurs, des doses supérieures à  $10^{14}$   $\text{cm}^{-2}$ , utiles pour diminuer la durée de vie de plus d'un facteur deux, dégraderaient le matériau. Aussi nous n'avons pas employé cette technique de façon systématique sur nos échantillons. La croissance B.T. semble un moyen plus souple de contrôler la durée de vie.

#### ***4.4.3 - Expériences de modulation de la transmission sous champ électrique ; écrantage du champ électrique.***

L'écrantage du champ étant le phénomène conditionnant l'inscription d'un réseau de diffraction comme décrit au chapitre 1 § 1.4, nous nous sommes attaché à mettre en évidence ce phénomène d'écrantage en régime picoseconde. Pour cela, nous avons mené des expériences de modulation de la transmission des dispositifs B en utilisant le montage

expérimental pompe-sonde décrit au § 4.4.1 avec un seul faisceau (la sonde ou l'une des deux pompes).

Pour différentes énergies d'excitation, nous avons donc relevé la transmission du faisceau choisi pour une tension de 9,25 V (figure 4-12). Les mesures ont été effectuées à  $\lambda = 842$  nm, longueur d'onde donnant à la fois une modulation importante et une plus grande transmission (Cf. § 4.3).



**Figure 4-12 : Ecrantage du champ électrique**

Nous constatons qu'à faible excitation, la transmission est de 50 % supérieure à celle obtenue à tension nulle. Lorsque l'énergie d'excitation augmente, cette modulation diminue, et tend à s'annuler complètement au-delà de  $20 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ . A cette énergie, le champ est donc totalement écranté. Les porteurs photogénérés réalisent l'écrantage avant la fin de

l'impulsion du laser ( $t = 20$  ps) puisque le signal relevé à l'oscilloscope montre que le faisceau s'automodule.

Nous avons cherché à estimer le temps nécessaire aux porteurs pour écranter le champ. Les principaux phénomènes conditionnant la rapidité de l'écrantage sont l'émission des porteurs hors du puits et leur dérive sur quelques puits produisant un contre-champ d'écran. Les porteurs peuvent s'échapper des puits soit par émission thermoionique soit par effet tunnel assisté par le champ, le plus rapide des deux phénomènes produisant l'échappement. Le temps d'échappement  $\tau_{\text{esc}}$  d'un puits est donné par la formule [3] :

$$\frac{1}{\tau_{\text{esc}}} = \frac{1}{\tau_{\text{R}}} + \frac{1}{\tau_{\text{E}}} + \frac{1}{\tau_{\text{T}}}$$

où  $\tau_{\text{R}}$  est le temps de recombinaison,

$\tau_{\text{T}}$  est le temps d'émission par effet tunnel,

$\tau_{\text{E}}$  est le temps d'émission thermoionique.

Généralement, le temps de recombinaison est négligé car il est plus long que les autres, surtout lorsque les porteurs sont séparés dans les puits. Le temps d'émission thermoionique est donné par la formule suivante [4] :

$$\tau_{\text{E}}^{-1} = \frac{1}{L_z} \sqrt{\frac{k_B T}{2\pi m^*}} \exp\left(-\frac{\phi}{k_B T}\right)$$

où  $L_z$  : largeur des puits

$k_B$  : Cte de Boltzman

$\phi$  : hauteur de barrière à franchir

T : température en Kelvin

$m^*$  : masse effective du type de porteur considéré (électrons, trous lourds ou légers).

La hauteur de barrière dépend du champ électrique de module F :

$$\phi = a \Delta E_g - E^{(n)} - \Delta\phi(F)$$

où  $a \Delta E_g$  est la proportion de variation de bande interdite s'appliquant à la bande de conduction ou de valence et  $E^{(n)}$  est l'énergie du niveau n

$\Delta\phi(F)$  est la variation de  $\phi$  due au champ électrique [5] :

$$\Delta\phi = \frac{qFL_z}{2} + \left( \frac{9\hbar^2 q^2}{32 m^*} \right)^{\frac{1}{3}} F^{\frac{2}{3}}$$

Le temps d'émission par effet tunnel est donné par la formule [6] :

$$\tau_T^{-1} = \frac{n\hbar\pi}{2L_z^2 m^*} \exp\left[ -\frac{2L_b \sqrt{2m_b^* \phi}}{\hbar} \right]$$

où  $L_b$  est la largeur des barrières et  $m_b^*$  la masse effective des porteurs considérés dans les barrières.

Les calculs pour les électrons ( $m_e^* = 0.067$ ) et les trous lourds ( $m_{hh}^* = 0.34$ ) sont résumés dans le tableau ci-dessous, pour  $F = 0$  et  $3 \cdot 10^4$  V/cm). Pour les trous lourds, seul l'échappement par effet thermoionique est possible en raison de leur masse.

|                | F=0 V/cm     | F=3.10 <sup>4</sup> V/cm |
|----------------|--------------|--------------------------|
| $\tau_t(e)$    | 330 ps       | 113 ps                   |
| $\tau_E(hh)$   | 25 ps        | 10 ps                    |
| $\tau_T(e)$    | 0,27 $\mu$ s | 0,09 $\mu$ s             |
| temps dominant | $\tau_E(hh)$ | $\tau_E(hh)$             |

Tableau 4-1 : Temps calculés des émissions thermoionique et par effet tunnel

D'après les calculs effectués, on constate que les trous, ayant une barrière moins haute à franchir que les électrons, sont les premiers porteurs à s'échapper des puits, en un temps de 10 ps, par émission thermoionique. Après échappement hors du puits, les trous s'éloignent des électrons encore localisés dans le puits, et créent le contre-champ d'écran.

Essayons d'évaluer le déplacement de charges nécessaire pour produire l'écrantage partiel du champ. D'après la figure 4-12, le facteur de transmission (transmission sous champ / transmission à champ nul) sous 9,25 V passe de 1,5 à 1,2 pour une énergie de 2  $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ . Nos mesures de transmission sous champ nous permettent d'estimer que cela correspond à une baisse de tension appliquée au dispositif de 2,2 V, soit une variation de  $10^4$  V/cm sur le champ global (ce dernier est évalué à  $F \approx 3,3 \cdot 10^4$  V/cm). Les trous se sont donc déplacés par rapport aux électrons pour que le découvrement de l'une des densités par rapport à l'autre produise un contre-champ d'intensité :

$$F_{cc} = \frac{\sigma}{\epsilon}$$

Le temps nécessaire au déplacement d'un puits à un autre correspond au temps de transit par une barrière d'épaisseur 130 Å :

$$\tau_{tr} = \frac{L_b}{v} = \frac{L_b}{\mu(F) \cdot F}$$

Pour un champ électrique de  $3 \cdot 10^4$  V/cm, ce temps est égal à 0,4 ps, en prenant la mobilité des trous égale à  $100 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$  dans  $\text{Ga}_{0,7}\text{Al}_{0,3}\text{As}$ . Le temps de passage d'un puits à l'autre est donc quasi nul. Les trous peuvent donc être émis deux fois pendant la durée de l'impulsion laser. Au minimum, ils parcourront une épaisseur équivalente à (1 puits + 2 barrières) qui dans notre cas est  $d_{\min} = 360$  Å. En 20 ps, les trous peuvent ainsi se séparer des électrons et générer une densité de charges aux extrémités de la structure (le centre de

la structure restant quasi neutre en raison des densités équivalentes d'électrons et de trous) :

$$N = \frac{\phi \alpha (1 - R)}{h\nu} = 4 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$$

où  $R=0,5$ ;  $\alpha=10^4$ ;  $h\nu \approx 1,5 \text{ eV}$

$$\phi = 2 \cdot 10^{-6} \text{ J/cm}^2$$

Ceci équivaut, pour des puits de  $96 \text{ \AA}$ , à une densité surfacique  $n = 4 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ . Le contre-champ d'écran est alors de :

$$F_{cc} = m \frac{q \cdot n}{\epsilon} = \frac{2 \cdot 4 \cdot 10^{10} \cdot 1,6 \cdot 10^{-19}}{13 \cdot 8,85 \cdot 10^{-14}} = 1,1 \cdot 10^4 \text{ V/cm}$$

Cette valeur<sup>1</sup> est tout à fait en accord avec celle précédemment trouvée pour produire la variation de transmission. Ce calcul montre que l'écrantage est donc possible en moins de 20 ps.

La transmission obtenue sur les dispositifs B(BT) plus faible que celle des autres composants a rendu plus délicate la mise en évidence de l'écrantage du champ électrique; Cette étude préliminaire reste à approfondir afin de tirer partie des propriétés originales du matériau basse température qui, inséré dans ces structures, en font des composants bien adaptés pour la commutation rapide.

## 4.5 - Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié les propriétés électriques et optiques des deux types de dispositifs réalisés.

---

<sup>1</sup> Le facteur m vient du fait que le découplage des densités se fait sur m puits.



Nous nous sommes tout d'abord attaché à caractériser les structures polarisées. Ces structures montrent un faible courant de fuite confirmant que le champ est bien appliqué à la structure.

La caractérisation optique par réseaux transitoires «plasma», technique applicable aux deux types de dispositifs, montre que :

- l'efficacité de diffraction est de l'ordre de grandeur prévu par la théorie et que la diffusion parasite à la surface est très faible, ce qui témoigne de la bonne qualité de surface des échantillons.

- aucune dégradation des surfaces sur de longues durées de fonctionnement (environ  $10^6$  impulsions) n'a été observée.

- la durée de vie des porteurs, déduite du temps de déclin des réseaux est de l'ordre de 4 ns pour les structures polarisables et de 0,4 ns pour les structures reportées sur verre. Cette différence peut être attribuée à une meilleure qualité de l'interface de report dans le premier cas.

Le spectre de transmission sous champ électrique a été enregistré, ce qui nous a permis de constater qu'à 842 nm, on observe une diminution de l'absorption de  $3500 \text{ cm}^{-1}$  sous 8 V.

Une expérience d'automodulation de la transmission optique a été réalisée à  $\lambda = 842 \text{ nm}$  à l'aide d'impulsions de 20 ps. La transmission diminue de 33 % lorsque l'énergie de l'impulsion passe de  $0,1 \mu\text{J}/\text{cm}^2$  à  $20 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ . Nous avons montré que cette diminution s'explique par l'écrantage du champ électrique par les trous libres. Ce mécanisme ouvre la voie à la réalisation de réseaux de diffraction dont l'énergie d'écriture serait de l'ordre de  $20 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ .

**Références bibliographiques du chapitre 4**

- 1 D.S. Chemla, D.A.B. Miller, P.W. Smith  
Optical Engineering, Vol.24, n°4 (1985), 556
- 2 N. Gouaichault  
Thèse de Doctorat de l'INSA (1994)
- 3 H. Haas, P. Gentile, N. Magnéa, J.L. Pautrat, S. Gosselin, J.Y. Moisan, PH Gravey,  
L.S. Dang,  
Linz 1994.
- 4 A.M. Fox, D.A.B. Miller, G. Livescu, J.E. Cunningham, W.Y. Jan  
IEEE Journal of Quantum Electronics, Vol.27, n°10 (1991), 2281
- 5 H. Schneider and K v. Klitzing  
Physical Review B, Vol.38, n°9 (1988), 6161

## CONCLUSION GENERALE

L'objectif du travail présenté dans ce mémoire de thèse était de concevoir, de réaliser, puis d'étudier un dispositif photoréfractif à base de puits quantiques GaAs/GaAlAs pouvant s'intégrer facilement dans une architecture tout-optique et fonctionnant comme un commutateur spatial de faisceaux par réseaux photoinduits. L'essentiel de ce travail a consisté à mettre en œuvre des technologies (techniques de report de couches épitaxiées, épitaxie basse température, protonage, adaptation du Lift-Off Epitaxial aux dispositifs polarisables) utiles pour la réalisation de ces dispositifs et dont les limites doivent être connues pour leur conception et leur optimisation.

Le souci de la validation de ces technologies est présent tout au long du mémoire.

Dans le chapitre 1, nous avons défini un cahier des charges possible pour que les composants défecteurs puissent être intégrés dans une architecture tout-optique d'adressage. Notre choix s'est porté sur une structure à base de multipuits quantiques GaAs/GaAlAs fonctionnant en transmission. Les conséquences du choix du fonctionnement en transmission à une longueur d'onde unique ont été discutées. Nous avons conclu que le substrat GaAs devait être éliminé et que le régime de diffraction est de type Raman-Nath. D'autre part, le composant doit fonctionner avec la plus faible énergie possible. Aussi avons-nous examiné les diverses possibilités de photoinduire un réseau diffractant dans une structure à puits quantiques (effet plasma, différentes façon d'appliquer un champ électrique...). Les temps de réponse subnanoseconde recherchés nous ont conduit à utiliser

l'effet «plasma» et la modulation de l'absorption par l'écrantage du champ électrique dans nos structures.

Dans le chapitre 2, nous avons décrit le système d'épitaxie et discuté des conditions expérimentales utilisées pour l'élaboration de nos structures à multipuits quantiques. Le contrôle de la durée de vie des porteurs photogénérés étant l'une de nos préoccupations, l'épitaxie basse température et le protonage ont été étudiés.

En ce qui concerne les matériaux basse température, des couches de GaAs de 1  $\mu\text{m}$  élaborées à 400°C, caractérisées par photoluminescence résolue en temps, nous ont permis de maîtriser non seulement les paramètres relatifs à la croissance mais ceux propres au recuit. Nous avons au terme de cette étude élaboré une structure dont la partie active est constituée de matériaux basse température.

En ce qui concerne l'étude sur les irradiations de protons, nous avons réalisé des implantations permettant l'obtention d'un profil de défauts homogène dans des structures à multipuits quantiques, conformément aux paramètres prédéterminés par simulation (énergies d'implantation, doses).

Dans le chapitre 3, nous avons décrit les deux techniques de report de couches épitaxiées qui permettent d'éliminer le substrat d'origine et de le remplacer par un substrat transparent ou semi-transparent indispensable pour nos applications. Pour lier les couches épitaxiées à leur substrat d'accueil, la technique du collage utilise un adhésif, tandis que la technique du Lift-Off Epitaxial repose sur la création de forces électrostatiques. Cette dernière a nécessité la construction et la mise au point d'un montage expérimental. Celui-ci a permis par la suite la réalisation de reports d'excellente qualité.

Les avantages et inconvénients des deux techniques ont été mis en évidence. Pour le LOE, un renforcement de la tenue mécanique et une amélioration de la qualité du report ont été obtenus en reportant les couches épitaxiées sur des substrats métallisés au palladium. Nous avons à ce sujet étalonné un bâti d'évaporation sous vide pour déposer des électrodes semi-transparentes en palladium sur des substrats transparents.

Deux catégories de dispositifs ont été fabriquées par ces techniques :

- des structures reportées sur verre ou saphir (collage ou LOE),
- des structures polarisables reportées sur un substrat transparent métallisé (LOE uniquement).

Nous avons comparé la tenue mécanique et les contraintes induites par le report pour ces deux types de dispositifs. Ces comparaisons nous ont conduit à retenir le report LOE sur palladium pour la fabrication de dispositifs polarisables dont l'étude électro-optique est menée au chapitre 4.

Dans le chapitre 4, nous avons étudié les caractéristiques électriques et optiques des dispositifs réalisés. Les caractéristiques courant-tension et capacité-tension nous ont renseignés sur les contacts électriques et le courant de fuite dans nos dispositifs. Le courant de fuite faible montre que le champ électrique s'applique bien à la structure.

La caractérisation optique par réseaux transitoires «plasma», technique applicable aux deux catégories de structures, montre la bonne qualité optique des structures et a permis de déterminer la cinétique de diffraction. Les temps de réponse sont subnanoseconde. L'influence des doses de protons sur la cinétique a été étudiée. Nous avons montré que le temps de déclin était divisé par deux pour des doses de  $10^{13} \text{ cm}^{-2}$  par rapport aux structures non implantées. Pour les dispositifs polarisables, nous avons trouvé

un temps de déclin d'environ 10 fois plus long, phénomène attribué à une amélioration de l'interface de report par l'utilisation de substrats métallisés palladium.

Nous avons ensuite caractérisé nos échantillons en transmission avec et sans champ électrique. Le spectre de transmission sous champ électrique nous a permis de constater des variations importantes de l'absorption sous champ. Les variations d'absorption  $\Delta\alpha$  déduites des mesures de transmission par l'écrantage du champ électrique externe devraient permettre d'obtenir des efficacités de diffraction de :

$$\eta \approx \left( \frac{\Delta\alpha \cdot d}{4} \right)^2 = 2,5 \cdot 10^{-3} \quad \text{pour } \Delta\alpha = 4000 \text{ cm}^{-1} \text{ et } d = 0,8 \text{ } \mu\text{m}.$$

Une expérience d'automodulation de la transmission optique a été réalisée à  $\lambda = 842$  nm à l'aide d'impulsions de 20 ps. Nous avons montré que la diminution de transmission avec l'augmentation de l'énergie d'impulsion est dû à l'écrantage du champ électrique par les trous libres. Pour les échantillons dont la partie active est élaborée à basse température, le même phénomène a pu être mis en évidence, mais avec une amplitude minimale.

Ce mécanisme d'écrantage ouvre la voie à la réalisation de réseaux de diffraction dont l'énergie d'écriture serait plus faible que l'énergie requise pour obtenir un réseau de diffraction par effet plasma, c'est-à-dire de l'ordre de  $10 \text{ } \mu\text{J}/\text{cm}^2$ .

Par ailleurs, les études en cours dans notre groupe de recherche sur les cavités Fabry-Pérot verticales en GaAs/GaAlAs montrent qu'une forte augmentation des effets non-linéaires peut être obtenue en raison de la forte intensité optique présent dans la région centrale de la cavité, lorsque celle-ci est excitée dans des conditions de résonance. Les structures que nous avons étudiées ne bénéficient pas de cet effet, mais on peut envisager leur incorporation dans des cavités verticales, ce qui permettrait de réduire les énergies de commande d'un facteur proche du facteur de surtension du résonateur.



## LISTE DES ILLUSTRATIONS

### CHAPITRE 1

|   |    |
|---|----|
| Figure 1-1 : Diffraction en transmission  | 11 |
| Figure 1-2 : Cahier des charges possible pour l'application visée                   | 12 |
| Figure 1-3 : Schéma de bandes d'une structure à puits quantiques GaAs/GaAlAs        | 15 |
| Figure 1-4 : Spectre d'absorption d'une structure à puits quantiques GaAs/GaAlAs    | 16 |
| Figure 1-5 : Effet Stark Confiné Quantiquement                                      | 17 |
| Figure 1-6 : Structure photoréfractive retenue                                      | 19 |
| Figure 1-7 : Diagramme des bandes d'énergie de la structure à multipuits quantiques | 20 |
| Figure 1-8 : Régime de Raman-Nath   | 22 |
| Figure 1-9 : Géométrie «champ perpendiculaire aux couches»                          | 28 |
| Figure 1-10 : Géométrie «champ parallèle aux couches»                               | 31 |

### CHAPITRE 2

|  |    |
|--|----|
| Figure 2-1 : Principe de l'EJM   | 37 |
| Figure 2-2 : Schéma du bâti d'épitaxie par jets moléculaires   | 39 |
| Figure 2-3 : Schéma du diagramme RHEED   | 45 |
| Figure 2-4 : Photographie de la surface de l'épitaxie de la structure à multipuits quantiques (G: x 50)  | 49 |
| Figure 2-5 : Evolution de la résistivité en fonction de la température de recuit pour différentes températures de croissance (a : 340°C; b : 310°C; c : 300°C) | 52 |
| Figure 2-6 : a) Réduction des défauts avec le recuit ; b) Recouvrement de la transmittivité du matériau avec le recuit   | 54 |
| Figure 2-7 : Evolution de la taille des précipités en fonction de la durée du recuit pour une température de recuit de 600°C                                   | 55 |



|   |    |
|---|----|
| Figure 2-8 : Durée de vie en fonction du diamètre des précipités pour une température de croissance de 250°C et de 320°C pour un rapport de flux de As/Ga=20          | 56 |
| Tableau 2-1 : Dépendance de la durée de vie vis-à-vis des paramètres de croissance et de recuit   | 57 |
| Figure 2-10 : Photographie MET de l'épitaxie E29 a) recuit de 5 min ; b) recuit de 20 min (G : x 40000)   | 59 |
| Figure 2-11 : Mesures de durée de vie en fonction de la durée du recuit<br>a) épitaxies 29 et 28 (rapport de flux=20) ;<br>b) épitaxies 31 et 41 (rapport de flux=40) | 61 |
| Figure 2-12 : Variation de la durée de vie dans GaAs massif en fonction de la dose de protons implantés   | 63 |
| Figure 2-13 : Paramètres utilisés dans la théorie de Pearson  | 65 |
| Figure 2-14 : Démarche effectuée pour simuler une multi-implantation  | 66 |
| Figure 2-15 : Tri-implantation  | 67 |
| Figure 2-16 : Multi-implantation des deux côtés de la structure   | 67 |

### CHAPITRE 3

|   |    |
|---|----|
| Figure 3-1 : Principe de la technique de report d'une couche épitaxiée  | 75 |
| Figure 3-2 : Etapes de la technique du collage  | 78 |
| Figure 3-3 : Etapes de la technique du Lift-Off Epitaxial   | 80 |
| Figure 3-4 : Cycle de température optimisé pour la cuisson de la cire   | 82 |
| Figure 3-5 : Etapes du report par LOE   | 83 |
| Figure 3-6 : Photographies de reports en effectuant le transfert<br>(a) : à l'air libre ; (b) : dans un milieu d'eau désionisée (G: x 33) | 84 |
| Figure 3-7 : Schéma du montage expérimental LOE   | 86 |
| Figure 3-8 : Photographie des systèmes d'aspiration et de contrôle de la pression   | 86 |
| Figure 3-9 : Contrôle électronique de la pression   | 87 |
| Tableau 3-1 : Caractéristiques des substrats utilisés dans ce travail   | 88 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 3-10 : Photographie MEB d'un report effectué par LOE sur un substrat métallisé palladium (G: x3000)  | 90  |
| Figure 3-11: Montage expérimental utilisé pour la spectroscopie de photoluminescence  | 94  |
| Figure 3-12 : Spectres de PL de l'échantillon témoin à 300 K  | 95  |
| Figure 3-13 : Etude à 20 K d'échantillons reportés par LOE ou collage<br>Comparaison avec le témoin   | 96  |
| Figure 3-14 : Etude à 20 K d'échantillons LOE   | 97  |
| Figure 3-15 : Montage expérimental de spectroscopie Raman   | 99  |
| Figure 3-16 : Spectres Raman obtenus à 300 K  | 100 |
| Figure 3-17 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour la DDX   | 102 |
| Figure 3-18 : Etude en DDX a) de l'échantillon témoin ; b) du report sur palladium  | 103 |
| Figure 3-21 : Photographie (Grossissement : x3 environ) d'une couche reportée sur un substrat métallisé palladium. Surface réelle est d'environ 1 cm <sup>2</sup> .                                     | 105 |
| Figure 3-22 : Dispositif final pouvant être polarisé  | 108 |
| <br>  |     |
| <b>CHAPITRE 4</b>   |     |
| Figure 4-1 : Schéma des dispositifs A et B  | 112 |
| Figure 4-2 : a) I(V) et b) C(V) pour un dispositif B  | 112 |
| Figure 4-3 : a) I(V) et b) C(V) pour un dispositif B(BT)  | 113 |
| Figure 4-4 : Schéma du montage expérimental de transmission/électroabsorption   | 115 |
| Figure 4-5 : Spectre de transmission d'une structure reportée sur verre   | 116 |
| Figure 4-6 : Spectres de transmission relevés sous 0, 5, et 8 V   | 117 |
| Figure 4-7 : Décalage de la position des pics excitoniques pour les trous légers (lh,o) et les trous lourds (hh,x) sous l'effet d'un champ électrique appliqué perpendiculairement aux puits (95 Å) [1] | 118 |
| Figure 4-8 : Variation d'absorption liée à la tension appliquée   | 119 |

|  |     |
|--|-----|
| Figure 4-9 : Schéma du montage utilisé lors des expériences de réseaux transitoires photoinduits     | 122 |
| Figure 4-10 : Cinétique de diffraction d'un dispositif A reporté sur verre                           | 124 |
| Figure 4-11 : Cinétique d'un dispositif B reporté sur un substrat transparent métallisé au palladium | 125 |
| Figure 4-12 : Ecrantage du champ électrique  | 127 |
| Tableau 4-1 : Temps calculés des émissions thermoionique et par effet tunnel                         | 129 |

Thèse de Luc Le Gratiet

**«Structures photoréfractives à base de multipuits quantiques GaAs/GaAlAs fonctionnant en transmission pour l'adressage optique»**

**RESUME :**

Cette étude porte sur la conception, l'élaboration et la caractérisation de composants photoniques réalisant une fonction de commutation spatiale de faisceaux par réseaux photoinduits. Ces composants sont destinés à être utilisés comme déflecteurs pour le routage et l'adressage de données dans les architectures de traitement de l'information. Après avoir exposé les contraintes imposées aux composants, nous rappelons les notions de base nécessaires à la compréhension de leur fonctionnement. Nous décrivons ensuite la technique de l'épitaxie par jets moléculaires. L'épitaxie à 400°C et le protonage sont utilisés pour le contrôle de la durée de vie dans les composants. Nous présentons les techniques de report de couches épitaxiées qui permettent le fonctionnement des composants en transmission par l'élimination du substrat d'origine. Nous détaillons différents types de reports que nous avons développés, et nous étudions leurs qualités optiques et mécaniques. La maîtrise des étapes technologiques permet aussi de polariser le composant. Nous présentons ensuite les résultats expérimentaux obtenus sur les dispositifs fabriqués. Nous discutons de la cinétique de diffraction des dispositifs déterminée par des expériences de type plasma. Nous montrons que d'importantes variations de l'absorption sont obtenues pour de faibles tensions par une étude de la transmission en régime continu. Enfin, des expériences d'automodulation de la transmission sous champ électrique ont été menées et montrent la possibilité de réaliser des diffracteurs à faibles énergies de commande.

**MOTS CLES :** Réseaux photoinduits, Report de couches épitaxiées, Semiconducteurs III-V, Multipuits quantiques, Optique non linéaire picoseconde.

**"Photorefractive transmission GaAs/GaAlAs devices based on multi-quantum wells designed for optical data addressing"**

**ABSTRACT :**

This study deals with the design, fabrication and characterization of photonic devices achieving a spatial beam commutation by photoinduced gratings. These devices can operate as deflectors for routing and addressing data in information processing architectures. First, we present the requirements for the design of these components. We describe the basic concepts needed to understand their operating conditions. Epitaxy technique and growth conditions are given. Low temperature (400°C) growth and proton irradiation are studied to adjust lifetime in the devices. Then, we present thin-film bonding techniques which are used to fabricate transmission operating devices by removing the substrate. We investigate different types of bonding as well as their optical and mechanical qualities. Control of processing steps is crucial for applying a voltage across the device. Finally, the experimental results obtained from the fabricated devices are given. Plasma experiments allow us to determine the grating kinetics. Transmission under an electric field is studied, and shows a considerable change in absorption for a few volts only. Automodulation of the transmission is evidenced with applied electric field thereby demonstrating the feasibility of low energies deflectors.

**KEY WORDS :** Photoinduced gratings, Thin-films bonding techniques, III-V semiconductors, Multi-quantum wells, Picosecond nonlinear optics.

---