



HAL
open science

Développement d'une nouvelle génération de détecteurs micro-structurés à base de semi-conducteurs pour l'imagerie médicale de rayons X

Marie-Laure Avenel Avenel Le Guerroué

► To cite this version:

Marie-Laure Avenel Avenel Le Guerroué. Développement d'une nouvelle génération de détecteurs micro-structurés à base de semi-conducteurs pour l'imagerie médicale de rayons X. Autre [cond-mat.other]. Université Paris Sud - Paris XI, 2012. Français. NNT : 2012PA112078 . tel-00707718

HAL Id: tel-00707718

<https://theses.hal.science/tel-00707718>

Submitted on 13 Jun 2012

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.

THESE DE DOCTORAT

Présentée par : **Marie-Laure AVENEL-LE GUERROUE**

pour l'obtention du
GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE PARIS SUD XI EN PHYSIQUE

Spécialité : Physique

Développement d'une nouvelle génération de détecteurs micro-structurés à base de semi-conducteurs pour l'imagerie médicale de rayons X

Soutenue le 11 mai 2012

M. Christian MOREL
M. Peter VON BALLMOOS
M. Henri BENISTY
M. Frank DELMOTTE
M. Alexandre SEMEROK
M. Eric GROS D'AILLON

Rapporteur
Rapporteur
Président
Examineur
Directeur de thèse
Examineur

Remerciements

Après trois de thèse, et surtout après avoir parcouru un certain de nombre de manuscrits, j'en ai déduit que l'on trouve deux types remerciements : les classiques, sobres et les plus inventifs, délurés. Comme, je pense, chaque personne ayant un manuscrit en main, je me suis toujours empressée de lire ces quelques pages. Au début, j'ai cru que c'était la course entre thésards aux remerciements les plus originaux. Mais maintenant que j'ai fait l'expérience d'écrire mon manuscrit et que je me retrouve devant ces dernières pages à rédiger, je sais que c'est bien plus que ça. Derrière ces quelques lignes, se cachent les ultimes messages que l'on souhaite faire passer à ceux qui nous ont entourés. Et même si les remerciements se situent généralement au début du manuscrit, c'est d'une certaine façon la page blanche laissée au thésard pour conclure en beauté trois ans de sa vie. Jean, tu m'as dit un jour que tu attendais de moi des remerciements classiques, j'espère te surprendre un peu...

Je souhaite remercier M. Henri Benisty, M. Franck Delmotte, M. Christian Morel et M. Peter von Ballmoos, qui ont tenu respectivement le rôle de Président, d'Examinateur et de Rapporteurs. Votre collaboration, même si elle arrive temporellement à la fin de ces travaux, n'en est pas moins restée importante. Merci pour vos remarques et vos conseils qui m'ont permis d'améliorer la qualité de mon manuscrit, et merci pour l'intérêt que vous avez porté à mes travaux.

Je remercie également M. Alexandre Semerok, mon Directeur de thèse, pour son suivi pendant ces trois années.

En commençant ma thèse il y a un peu plus de trois ans maintenant, j'ai intégré le LDET. Je profite de ces lignes pour remercier l'ensemble du laboratoire. L'amitié et l'aide que vous m'avez apportées continuellement m'ont permis de traverser plus sereinement cette période parfois délicate qu'est la thèse. Que ce soit au détour d'un couloir, en salle de manip, en point thèse ou en salle café, votre présence m'a été essentielle. J'espère vous avoir laissé quelques bons souvenirs, en tant que co-organisatrice du repas de Noël ou comme artisan du labo (et oui, mettre des fils dans des trous, ce n'est pas donné à tout le monde...). Dans mon cas, ces trois ans de thèse ont été aussi synonymes de bouleversements personnels, et votre soutien m'a permis de les rendre encore plus mémorable.

Je voudrais remercier plus particulièrement Marie-Claude, pour toutes ces heures passées sur mes dispos, ses conseils et idées et nos discussions. Je remercie aussi Nicolas et Olivier pour leur aide, sur les manip ou juste pour me remonter le moral, pendant ces trois ans. Enfin, je remercie Daniel, sans qui je n'aurais pas eu d'échantillons sur lesquels travailler.

Au cours de mes deux premières années, j'ai partagé mon bureau avec plusieurs colocataires. Merci à Guillaume, Marco, Anne, Olivier A et Bahaa d'avoir égayé mes journées un peu plus chaque jour. Et j'ai ensuite été une des premières locataires du bureau des filles, dont l'ambiance a dû en faire rêver plus d'un... Merci à Alexandra et Fanny pour avoir partagé mes derniers mois au sein du LDET. Enfin, je remercie Camille. Nous avons partagé beaucoup toutes les deux, un bureau, un encadrant, des idées mariage, ma grossesse, des tonnes de discussions... Je te souhaite tout le bonheur possible avec ton Docteur Mamour et bon courage pour la fin de ta thèse, tu seras parfaite !

Mes remerciements ne seraient pas complets si j'oublie Eric, mon encadrant. Merci de tout mon cœur pour ton suivi, ton soutien personnel et professionnel, ton aide pendant ma thèse. Tu as répondu présent pour chaque question, chaque problème, à tous les moments de doutes comme d'euphorie. Je garde le souvenir d'aller-retour à Saclay, de devoir être sûre que tu te réveillais pour prendre le train ou que tu n'ais pas perdu ton billet, d'une nuit de manips au synchrotron... Je te souhaite beaucoup de bonheur, ainsi qu'à ta petite famille.

Je passe maintenant à une partie plus personnelle. Je remercie tous mes amis pour leur soutien permanent, même éloignés géographiquement, pendant ces dernières années. Merci plus particulièrement à Chloé, Laetitia, Elsa et Laureen pour vos mails réguliers et vos visites. Vous avez toujours eu confiance en moi et en mes capacités pour aller au bout, et j'y suis arrivée ! Je remercie également Charlotte et Jean-Sébastien. Charlotte, tu es entrée dans ma vie grâce au LDET et notre amitié a continué au-delà... Merci à tous les deux pour les soirées festives ou les après-midi pluvieux passés à Grenoble, pour nos week-ends toujours géniaux entre Grenoble et Paris.

Je tiens enfin à remercier ma famille. Merci à mes parents et à mes sœurs pour leur amour. Avec le recul, je me rends compte que le choix de faire une thèse n'a pas dû être facile à comprendre, entre formation et expérience. Votre compréhension et votre soutien quasi-quotidien m'ont été indispensables, surtout en période de grand stress... Merci aussi pour votre venue à ma soutenance, elle a contribué à rendre l'instant encore plus magique pour moi.

Mes derniers mots vont à Fabien et Gabriel, les deux hommes de ma vie. Fabien, je ne saurai certainement jamais te dire combien ta présence et ton amour ont été autant de facteurs de réussite dans cette thèse que mes travaux au labo. A ton tour maintenant de rédiger et de soutenir, tu sais que je serai là pour toi. Ces trois ans ont vu aussi la concrétisation de notre famille. Tout mon amour à notre petit ange.

Résumé

L'amélioration des performances des détecteurs (au niveau de la résolution en énergie et de la résolution spatiale) pour la radiographie X médicale par l'utilisation d'un semi-conducteur montre l'intérêt de remplacer les détecteurs à base de cristaux scintillateurs (majorité des systèmes commerciaux) par un détecteur à base de semi-conducteur. Avec une perspective de respect environnemental, ces travaux portent sur le développement d'une nouvelle génération de détecteurs à base de semi-conducteur, différent du CdTe, pour l'imagerie médicale de rayons X fonctionnant en mode comptage, ce qui permet la réduction de la dose de rayonnement envoyée sur le patient. Deux axes de recherches en découlent, avec le choix d'un nouveau matériau semi-conducteur, le GaAs semi-isolant et d'une nouvelle géométrie de détection, la géométrie 3D.

Ces travaux ont consisté à évaluer expérimentalement le semi-conducteur, afin de choisir un matériau (fournisseur, croissance) et une électrode métallique qui ont la capacité de compter des photons. Puis, la structure de détection, au travers de caractérisations des procédés technologiques nécessaires pour la réalisation de la géométrie 3D (usinage des électrodes, dépôt des électrodes, connexion à un circuit électronique) et de la validation du concept avec un dispositif de test, a été également étudiée. Enfin, les premiers résultats d'un détecteur 3D à base de GaAs semi-isolant, montrant la concrétisation de ces objectifs, sont proposés.

Mots-clés : détecteur de rayons X, GaAs, CdTe, détecteur micro-structuré, usinage laser, structure 3D

Abstract

In X-ray medical imaging, semi-conductors tend to replace scintillator crystals (most of the commercial devices), thank to their higher spatial resolution and energy resolution. Counting mode is another tendency, because it allows reducing the radiation dose delivered to the patient. This work aims at developing a new generation of semi-conductor detectors, different from CdTe / CdZnTe for environmental concerns, and associated with a new detection structure (3D geometry).

Semi-insulating GaAs from specific growth and supplier, with adapted metallic electrodes, shows the ability to count photons. Then, a proof of concept of the 3D geometry is provided, through the characterization of electrodes machining in bulk material, metal deposition and connection to a read-out electronic circuit. Finally, the achievement of these objectives is reflected in the preliminary characterization of 3D detector based on semi-insulating GaAs.

Key-words: X-rays detector, GaAs, CdTe, micro-structured detector,
laser micro-machining, 3D structure

Table des matières

Introduction	11
Chapitre I	15
Détecteurs à base de semi-conducteurs pour la radiographie X	15
1. Etat de l'art de la détection de rayonnement X pour l'imagerie médicale	16
1.1. Formation de l'image radiologique	16
1.2. Les dispositifs de détection en imagerie médicale X	19
1.3. Les semi-conducteurs pour l'imagerie de rayonnement X.....	22
2. Principe de fonctionnement des détecteurs à base de semi-conducteur pour la détection de rayonnement X.....	23
2.1. Les interactions rayonnement / matière	23
2.2. La collecte des porteurs de charges.....	27
2.3. Les modes de fonctionnement d'un détecteur semi-conducteur	30
2.4. Intérêt du passage en mode comptage.....	32
3. Contexte du travail de thèse	33
Conclusion.....	34
Chapitre II.....	37
Matériaux semi-conducteurs et architectures de détecteur pour la détection de rayonnement X	37
1. Etat de l'art des matériaux semi-conducteurs pour la détection de rayons X.....	38
1.1. Critères de sélection pour l'imagerie médicale	38
1.2. Méthodes de croissance cristalline	41
1.3. Les matériaux semi-conducteurs utilisés pour la détection de rayons X	45
2. Etat de l'art des architectures de détecteurs pour la détection de radiations	64
2.1. La géométrie 3D et semi-3D pour le silicium.....	65
2.2. La géométrie 3D pour d'autres matériaux.....	68
2.3. Les nanofils	74
2.4. Les micro-bolomètres.....	76
2.5. Synthèse	78
Conclusion.....	78

Chapitre III	81
Etude du GaAs semi-isolant en structure planaire : évaluation du matériau et des électrodes	81
1. Généralités	82
1.1. Fournisseurs et croissances	82
1.2. Interface métal / semi-conducteur	83
1.3. Techniques de dépôt de couches métalliques.....	87
2. Caractéristiques courant-tension.....	92
2.1. Dispositif expérimental	92
2.2. Analyse des résultats	93
3. Mesures en intégration.....	99
3.1. Dispositif expérimental	99
3.2. Analyse des résultats	100
4. Tests sous irradiation gamma	107
Conclusion.....	108
Chapitre IV	111
Caractérisations de l'usinage par laser nanoseconde des électrodes pour les détecteurs 3D.....	111
1. Etat de l'art des techniques de micro-usinage des semi-conducteurs	112
2. Description du banc d'usinage laser.....	120
3. Démonstration de la faisabilité de l'usinage par laser nanoseconde	123
3.1. Usinage d'un grand rapport d'aspect et d'un grand nombre de trous	124
3.2. Usinage du GaAs.....	127
4. Recherche d'une zone affectée thermiquement dans le GaAs après usinage laser	130
4.1. Analyse topographique et chimique	131
4.2. Analyse cristallographique	132
5. Essai pour réduire la conicité.....	134
5.1. Variation de la forme des trous en fonction de la puissance laser et du nombre d'impulsions laser	134
5.2. Influence d'une gravure chimique.....	139
6. Connexion du détecteur 3D au circuit électronique.....	143
6.1. Connexion via l'insertion de fils métalliques.....	143
6.2. Connexion via le remplissage des trous par un métal liquide	144
Conclusion.....	145

Chapitre V	147
Réalisations et caractérisations de détecteurs 3D à base de CdTe et de GaAs semi-isolant.....	147
1. Développement d'un détecteur 3D à base de CdTe:Cl	148
1.1. Description de l'échantillon	149
1.2. Caractéristiques courant-tension	151
1.3. Mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ	154
1.4. Mesures spectrométriques sous irradiation de rayons X synchrotron.....	160
1.5. Synthèse	169
2. Réalisation d'un détecteur 3D à base de GaAs semi-isolant	170
2.1. Description de l'échantillon	170
2.2. Caractéristiques courant - tension	173
2.3. Mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ	176
2.4. Synthèse	178
Conclusion.....	178
Conclusion et Perspectives.....	181
Références bibliographiques	187
Références internet.....	197
Publication et communications	199

Introduction

L'imagerie de rayons X occupe une place prépondérante dans l'imagerie médicale préclinique. Elle fournit à l'utilisateur une image en transmission de l'objet irradié par atténuation du flux incident et se retrouve dans les applications radiographie ou scanner. Depuis le film argentique inventé il y a plus de cent ans, les systèmes de détection et de stockage de l'information ont considérablement évolué avec la radiologie numérique. Ces travaux de thèse se sont intéressés à l'application radiographie médicale, avec une gamme d'énergie allant de 20 keV (mammographie) à 100 keV.

Actuellement, la majorité des détecteurs des systèmes commerciaux sont composés de cristaux scintillateurs. Ces cristaux assurent une conversion indirecte du rayonnement X incident, via des photons visibles, en signal électrique. Le signal est mesuré par intégration pendant une durée donnée. Nous trouvons également des détecteurs à base de sélénium amorphe, un semi-conducteur, pour la mammographie.

Un semi-conducteur convertit directement le rayonnement X incident en signal électrique. Avec une énergie de création de paires électron-trou plus faible que pour un cristal scintillateur, il permet d'atteindre une résolution en énergie plus grande. Il permet également une meilleure résolution spatiale et un taux de comptage supérieur. Ce qui montre l'intérêt de développer des détecteurs à base de semi-conducteur. Au niveau de la recherche, le CdTe et le CdZnTe constituent les matériaux de référence.

Ces travaux de thèse se situent dans un contexte d'avenir. La norme européenne RoHS réglemente l'utilisation du Cadmium. Non touché actuellement, le domaine médical pourrait être prochainement inclus dans cette norme. Ces travaux de thèse ont donc porté sur le développement d'une nouvelle génération de détecteurs micro-structurés à base de semi-conducteur (mais différent du CdTe / CdZnTe) en mode comptage pour l'imagerie médicale de rayons X. Trois axes principaux d'étude se distinguent.

- Un **nouveau semi-conducteur**, répondant aux besoins de l'application médicale (absorption, collecte des charges, bruit, toxicité), doit être choisi.
- Cette sélection s'accompagne d'une **nouvelle architecture de détection**. Actuellement, les détecteurs sont généralement en structure planaire, avec les électrodes déposées sur la surface du matériau. Cette structure entraîne un compromis à faire entre l'efficacité d'absorption des photons incidents et l'efficacité de collecte des charges, auquel le CdTe / CdZnTe répond le mieux. D'autres semi-conducteurs n'y répondant pas, une géométrie de détection différente est alors nécessaire.
- Enfin, nous souhaitons développer un détecteur fonctionnant en **mode comptage** des photons plutôt qu'en mode intégration. Il a été prouvé que le mode comptage permet

une réduction de la dose envoyée sur le patient et une augmentation du contraste dans les images. De manière générale, la tendance en imagerie médicale est à l'évolution des capteurs de l'intégration vers le comptage.

Pour réaliser ces objectifs, la démarche suivante a été utilisée. Les choix du matériau semi-conducteur et de la géométrie de détection ont été réalisés à l'aide d'une étude bibliographique sur ces deux sujets. Puis, trois études expérimentales ont été menées afin de caractériser le semi-conducteur et la géométrie, dans le but de converger vers le développement d'un prototype final.

Le chapitre I de ce manuscrit introduira le contexte et les objectifs de ces travaux. Un rapide état de l'art des détecteurs développés pour la radiographie X sera présenté. Des rappels physiques, employés dans cette thèse, tels que les interactions photons-matière et électrons-matière et la collecte des porteurs de charges dans un semi-conducteur, seront donnés. Enfin, nous montrerons les différents types de fonctionnement d'un détecteur de rayons X à base de semi-conducteurs (intégration, comptage et spectroscopie).

Dans le chapitre II, un état de l'art des semi-conducteurs et des géométries pour la détection de radiation sera présenté.

Au niveau des semi-conducteurs, des critères de sélection sévères vis-à-vis de l'application médicale (notamment sur la densité, la résistivité, la largeur de bande interdite, les propriétés de transports, la toxicité et la maîtrise technologie) seront expliqués. Ces critères sont une des raisons pour laquelle nous nous sommes intéressés à des matériaux massifs plutôt qu'en couche mince. Différentes méthodes de croissance seront également montrées. Nous verrons que nous pouvons classer les semi-conducteurs des plus classiques, dont la maîtrise technologique est assurée, au plus prospectifs.

Quelques structures de détection relativement innovantes par rapport à la structure planaire seront également présentées. Parmi elles, nous parlerons de la géométrie 3D (avec les électrodes usinées dans le volume du matériau), des nanofils (particulièrement étudiés pour le domaine du photovoltaïque) et des micro-bolomètres.

Le GaAs semi-isolant (SI-GaAs) associé à la géométrie 3D a été notre choix issu de cet état de l'art. Le développement d'un détecteur 3D passe par le choix du matériau, l'usinage des électrodes, le dépôt de contact sur les flancs des électrodes, la connexion des électrodes vers un circuit de lecture et les tests sous rayonnement. Ces différentes étapes seront détaillées dans les chapitres suivants.

Le chapitre III proposera une évaluation des performances du SI-GaAs en structure planaire (afin d'obtenir des tests rapides) dans le but de choisir un matériau (fournisseur et croissance) et une électrode (technique de dépôt et métaux) qui permettent le comptage des photons.

Un contact Schottky obtenu par dépôt de couches successives de métaux a été privilégié pour compenser la résistivité moyenne du matériau. Nous avons testé les contacts suivants :

electroless Au, pulvérisation Ti/Pt/Au, évaporation Ti/Pt/Au et Ti/Au. La description de ces méthodes et des hauteurs de barrière attendues seront développées dans ce chapitre.

Des mesures de courant d'obscurité montreront le fort bruit de ces détecteurs, pour une géométrie non adaptée à l'épaisseur de matériau nécessaire pour l'application médicale.

Des mesures de photocourant sous rayonnement X par intégration prouveront la faible longueur de zone sensible pour ces matériaux.

Des mesures sous irradiation de photons γ montreront la capacité pour certains couples matériau / contact à compter des photons.

Au travers du chapitre IV, les caractérisations de l'usinage des électrodes seront détaillées. Tout d'abord, nous précisons les raisons du choix de la méthode de gravure par laser, qui nous permet d'atteindre un grand rapport d'aspect tout en étant indépendant du matériau. Un laser à impulsion nanoseconde dans l'ultra-violet a été utilisé pour ces travaux.

L'atteinte d'un grand rapport d'aspect (50 : 1), la bonne répétabilité de l'usinage mais également la forte conicité des trous dans le premier quart de l'épaisseur du matériau seront mis en avant.

L'usinage laser entraîne des dégradations de surface sur les flancs des trous, et en particulier la présence d'une zone affectée thermiquement par le laser. Différentes analyses (topographique, chimique et cristallographique) sur ces échantillons de GaAs ont été effectuées.

Des tentatives pour réduire la conicité des trous, entre autres par la variation de la puissance laser et du nombre de tirs et par l'ajout d'une gravure chimique supplémentaire, seront présentées.

Enfin, le développement de deux techniques de connectique des électrodes vers le circuit électronique de lecture (via l'insertion manuelle de fils métalliques dans les trous ou le remplissage des trous par un métal liquide et une connexion par micro-câblage filaire) seront expliqués.

Le chapitre V proposera le détail du développement et des tests de deux prototypes 3D.

Le premier, à base de CdTe, apporte la preuve de faisabilité technique et de fonctionnement sous rayonnement de la géométrie. Les différentes caractérisations montreront le fort bruit du détecteur, causé par l'usinage laser, mais qui n'empêche pas le comptage des photons et la discrimination entre les énergies de 60 et 122 keV. Des mesures spectrométriques sous rayonnement X synchrotron permettront la cartographie de la réponse du détecteur et la validation expérimentale d'un outil de simulation de l'induction de charge dans la géométrie 3D par la méthode des éléments finis (développé antérieurement).

Le deuxième détecteur développé est à base de SI-GaAs et constitue l'aboutissement de ces travaux. Les difficultés techniques dans la réalisation de cet échantillon seront présentées. Mais, nous montrerons également les premiers tests sous rayonnement qui prouvent que le détecteur 3D à base de SI-GaAs compte des photons.

Pour finir, un résumé des différents résultats obtenus au cours de cette thèse ainsi que les perspectives qu'ouvrent ces travaux seront proposés.

Chapitre I

Détecteurs à base de semi-conducteurs pour la radiographie X

1. Etat de l'art de la détection de rayonnement X pour l'imagerie médicale.....	16
1.1. Formation de l'image radiologique	16
1.2. Les dispositifs de détection en imagerie médicale X	19
1.2.1. Les détecteurs pour la Computed Radiography (CR)	19
1.2.2. Les détecteurs pour la Digital Radiography (DR)	20
1.3. Les semi-conducteurs pour l'imagerie de rayonnement X.....	22
2. Principe de fonctionnement des détecteurs à base de semi-conducteur pour la détection de rayonnement X.....	23
2.1. Les interactions rayonnement / matière	23
2.1.1. Interactions des photons	23
2.1.2. Interactions des électrons	26
2.2. La collecte des porteurs de charges.....	27
2.3. Les modes de fonctionnement d'un détecteur semi-conducteur	30
2.4. Intérêt du passage en mode comptage.....	32
3. Contexte du travail de thèse	33
Conclusion.....	34

L'imagerie de rayonnement X occupe toujours une position dominante dans le domaine de l'imagerie médicale. Elle est utilisée en radiographie et tomographie. Divers systèmes sont actuellement commercialisés et de nombreux progrès ont été rendus possibles avec la mise en place de dispositifs numériques. La volonté de réduire les doses de rayonnement absorbées par le patient et d'améliorer la qualité des images (résolution, imagerie en temps réel) passe alors par l'amélioration des systèmes existants et la mise au point de nouveaux détecteurs.

Afin d'introduire le contexte de ce travail de thèse, ce chapitre a pour premier objectif de faire le point sur les détecteurs actuellement développés pour la radiographie X. Nous présenterons rapidement les systèmes fonctionnant à base de cristaux scintillateurs et semi-conducteurs en mode intégration.

Ayant fait le choix pour cette étude de travailler avec des détecteurs à base de semi-conducteurs, nous rappellerons ensuite le fonctionnement de ces détecteurs en passant de la description des interactions photons / matière, à la collecte des porteurs de charge pour finir par leurs différents modes de fonctionnement.

Enfin, nous présenterons les objectifs de ce travail de thèse.

1. Etat de l'art de la détection de rayonnement X pour l'imagerie médicale

Après un bref rappel concernant le principe de la formation d'une image radiologique, cette première partie a pour objectif de donner un rapide état de l'art sur les dispositifs de détection de rayonnement X déjà existants en imagerie médicale.

1.1. Formation de l'image radiologique

Trois facteurs sont indispensables à la formation d'une image radiologique :

- le foyer radiogène, quasi ponctuel : source de rayons X.
- l'objet radiographié, une région anatomique dans notre cas.
- le récepteur, qui supporte l'image utile (films ou procédé électronique).

La *figure I-1* présente le principe de l'imagerie X.

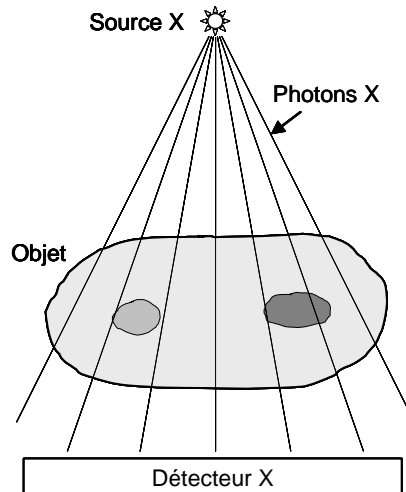


Figure I-1 : Principe de l'imagerie X en transmission

La radiographie par rayons X fournit une information structurale par atténuation du flux de photons X en fonction de la densité des zones traversées. On obtient une image en transmission de l'objet radiographié. La radiographie nécessite alors un flux de rayonnement élevé et une bonne résolution spatiale.

Dans le domaine de l'imagerie médicale, la gamme d'énergie des rayons X utilisée va de 20 keV (mammographie) à 100 keV. Le rayonnement X est obtenu par l'interaction des électrons dans une cible métallique (anode) et possède deux origines distinctes.

Le rayonnement X produit par rayonnement de freinage, ou Bremsstrahlung, provient de l'interaction (accélération, freinage ou changement de direction) d'un électron avec un atome via l'attraction coulombienne. On a alors une conversion de l'énergie cinétique en énergie électromagnétique. La *figure I-2* présente un spectre obtenu par rayonnement de freinage.

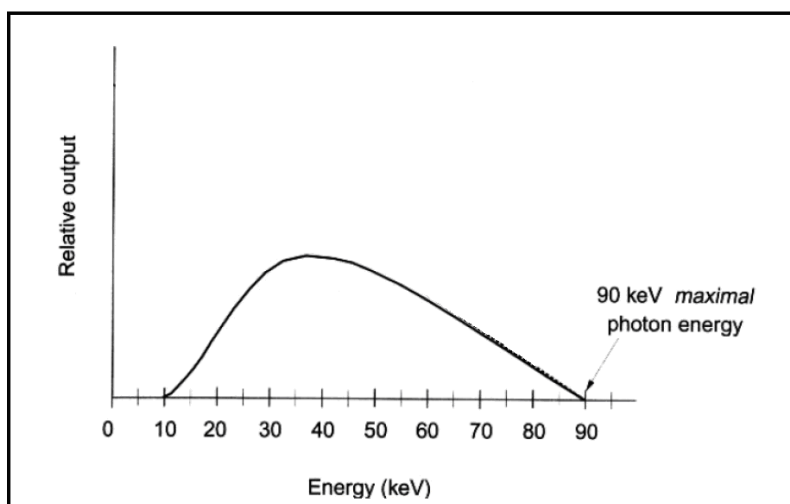


Figure I-2 : Spectre en énergie de rayonnement X obtenu par rayonnement de freinage [Internet @ I]. L'axe des ordonnées est en unité arbitraire.

Avec le rayonnement de freinage, le spectre de photons X obtenu est continu en énergie avec une énergie maximale qui correspond à celle de l'électron.

Le rayonnement X obtenu par rayonnement caractéristique provient quant à lui de la fluorescence d'atomes dans un état excité. L'interaction a lieu entre un électron incident et un électron lié d'une couche interne qui est éjecté. Un électron d'une des couches supérieures prend alors sa place avec l'émission d'un rayonnement X caractéristique. Le principe de cette émission est montré en *figure I-3*.

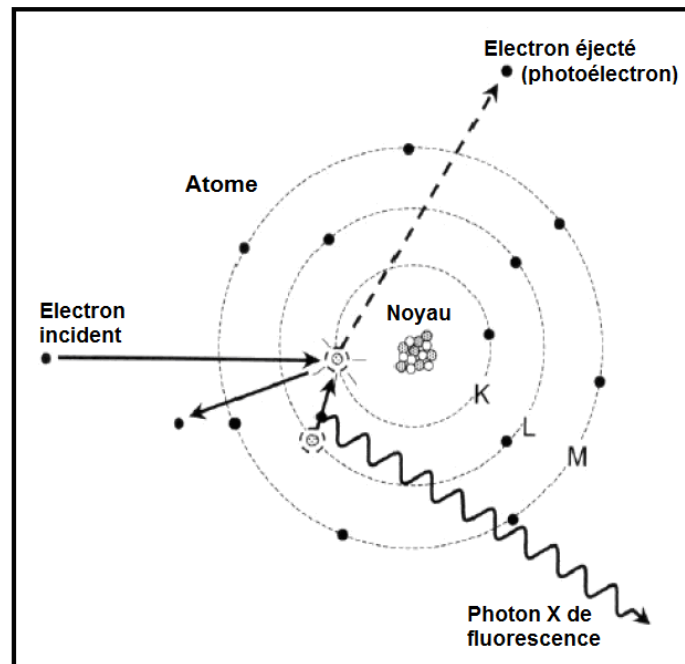


Figure I-3 : Principe de l'émission de rayons X par fluorescence [Internet @ 1]

Dans ce cas, les niveaux d'énergie des couches électroniques étant discrets, l'émission de rayons X se fait par raies monoénergétiques, qui dépendent des bandes, de l'énergie et du matériau.

Pour la formation d'images radiologiques, les rayons X sont produits de manière artificielle à l'aide d'un tube générateur de rayons X. Le tube est essentiellement constitué d'une ampoule où l'on a fait le vide, d'un circuit de haute tension (de 30 à 150 kV) d'une cathode métallique chauffée qui va émettre un faisceau d'électrons et d'une anode métallique qui va être bombardée par le faisceau d'électrons. L'interaction des électrons produit alors de la chaleur et des rayons X par Bremsstrahlung et fluorescence. Afin d'améliorer le rendement du tube, l'anode est refroidie. Le spectre obtenu pour un tube est donc le cumul d'un continuum et de raies définies.

La détection des photons X après passage au travers de l'objet radiographié s'effectue ensuite dans la plupart des cas par intégration du flux de photons pendant une durée donnée. Le rayonnement diffusé par l'objet peut-être corrigé soit par l'utilisation de grilles anti-diffusion, soit par une analyse géométrique (comme dans le cas du scanner). Les dispositifs de

détection doivent également répondre à un certain nombre de critères caractéristiques de l'imagerie médicale. Les performances souhaitées sont les suivantes en terme de :

- résolution spatiale (quelques centaines de microns au maximum).
- efficacité quantique de détection, liée au pouvoir d'absorption du milieu détecteur, aux différences sources de bruit et au nombre d'évènements secondaires créés par photon X absorbé (> 50%).
- surface de détection (jusqu'à 43x43 cm² pour une radiographie générale).
- sensibilité, qui correspond à la plus petite variation d'absorption des rayons X que l'on arrive à mesurer.
- contraste, afin de reconnaître les structures observées.
- dynamique (fréquence type vidéo 30 images/s et jusqu'à 240 images/s).

Divers systèmes sont susceptibles de détecter les rayons X et de nombreux détecteurs ont déjà été mis en œuvre. Nous allons détailler dans la suite de cette partie les principaux systèmes commercialisés.

1.2. Les dispositifs de détection en imagerie médicale X

Parmi les différents systèmes existant pour la détection de rayons X, le plus connu reste le film radiologique argentique, qui permet de réaliser des images classiques. Utilisé depuis plus de 100 ans, le film possède une double fonction. Il sert à la fois de détecteur et de moyen de stockage de l'image. Pour les applications médicales, qui nécessitent une faible dose d'irradiation, on lui associe un composé luminescent (écran renforçateur, traditionnellement à base de tungstate de calcium et plus récemment à base de composés de terres rares). Pour la visualisation en temps réel (radioscopie), on utilise des écrans de ZnS associés à des intensificateurs de luminance. Ces derniers, constitués d'un écran luminescent, d'une photocathode et d'un convertisseur électrons / photons, fournissent un signal électrique et sont longtemps restés comme seul système de radiologie numérique. Les principales avancées dans ce domaine concernent donc la mise au point de détecteurs fournissant des images numériques. Ce sont ces derniers que nous allons énumérer dans les parties suivantes [*Internet @ 2, Internet @ 3*].

1.2.1. Les détecteurs pour la Computed Radiography (CR)

Les détecteurs pour la radiographie informatisée sont plus ou moins similaires aux écrans / films utilisés conventionnellement. Composé de cristaux photostimulables (phosphore, halogénures), l'écran stocke l'énergie absorbée suite à l'irradiation par des rayons X. Il est ensuite relu à l'aide d'un procédé indépendant pendant 30 à 60 secondes et qui consiste à scanner l'écran avec une diode laser pour libérer l'énergie conservée sous forme de lumière visible. L'image est ensuite stockée numériquement à l'aide d'une matrice de CCD. L'écran peut-être ensuite réutilisé après l'avoir éclairé fortement pour effacer l'image. L'ensemble de la procédure prend de 1 à 2 minutes.

Cette méthode présente l'avantage d'être transposable sur les systèmes de radiologie classiques. Le coût de ce système est de ce fait attractif. Cependant, elle nécessite des étapes

supplémentaires afin d'obtenir une image utilisable et les écrans à base de phosphore ont une plus faible résolution spatiale comparée à celle des films classiques.

1.2.2. Les détecteurs pour la Digital Radiography (DR)

De nombreux systèmes pour la radiographie numérique existent, tous assez différents les uns des autres. Leur fonctionnement repose sur le principe de la conversion du photon X initial en photons visibles (dans le cas d'un matériau scintillateur) ou en paires électron-trou (dans le cas d'un semi-conducteur). On parle alors de conversion indirecte ou directe.

Dans le cas des cristaux scintillateurs, un photon X initial dépose son énergie dans le matériau par effet photoélectrique, ce qui provoque l'éjection d'un photoélectron. Ce dernier ionise le matériau et entraîne l'expulsion de nombreux autres électrons. Le scintillateur se retrouve alors excité et les atomes retournent à leur état fondamental en émettant un photon visible. Le nombre de photons visibles générés est proportionnel à l'énergie déposée par le photon X et leur émission s'effectue de manière isotrope dans le matériau. Des photodiodes permettent ensuite de transformer le rayonnement visible en signal électrique.

Un premier système à base de cristaux scintillateurs d'Oxysulfure de Gadolinium Gd_2O_2S et de composants CCD pour numériser l'image est commercialisé par plusieurs entreprises (Swissray, Oy Imix, Trex, Odelft). Une matrice de CCD enregistre l'image lumineuse provenant du scintillateur suivant l'irradiation X. La matrice mesure typiquement 2 à 3 cm^2 , ce qui est beaucoup plus petit qu'un détecteur classique de rayonnement X. Un système optique à base de lentilles ou de fibres optiques effilées (« taper ») est alors utilisé pour réduire la taille de l'image lumineuse produite par les cristaux scintillateurs. Il peut y avoir alors moins de photons visibles qui atteignent la matrice de CCD, ce qui augmente le bruit et dégrade la qualité de l'image. L'utilisation du système optique peut causer en outre des distorsions géométriques, de la diffusion de la lumière et une diminution de la résolution spatiale. Les systèmes décrits dans les paragraphes suivants leur sont préférés.

Les dispositifs les plus développés pour l'imagerie médicale sont basés sur une technologie dite à panneau plat. On retrouve des systèmes à conversion directe et indirecte.

Les cristaux scintillateurs (conversion indirecte) les plus couramment utilisés sont l'iodure de césium CsI (dopé ou non au thallium) et le Gd_2O_2S (Canon, Agfa). Une matrice de photodiodes en silicium amorphe (General Electric, Trixell) est utilisée pour transformer le rayonnement visible provenant du scintillateur en signal électrique mesurable. Une matrice de Thin Film Transistor (TFT) permet enfin d'enregistrer le signal. Un schéma de principe de ces détecteurs est montré en *figure I-4*.

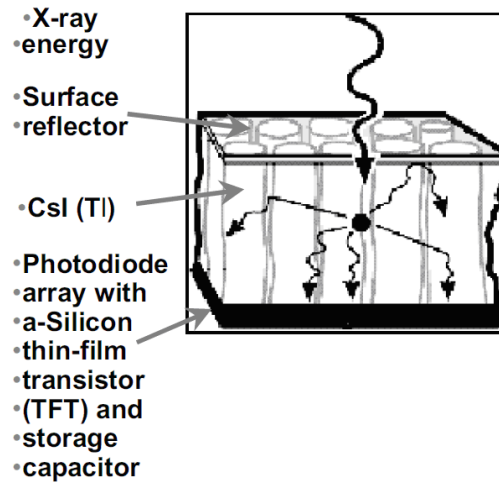


Figure I-4 : Principe d'un détecteur à panneau plat à conversion indirecte [Internet @ 3], le CSI est structuré en aiguilles

Les panneaux plats à conversion directe sont à base de sélénium amorphe a-Se (Direct Radiography Corp, Kodak). Dans ce cas, les photons X déposent leur énergie dans le matériau semi-conducteur et sont convertis en paires électron-trou. Une matrice de TFT enregistre le signal électrique issu de l'irradiation X. La figure I-5 présente le schéma de principe de ces détecteurs.

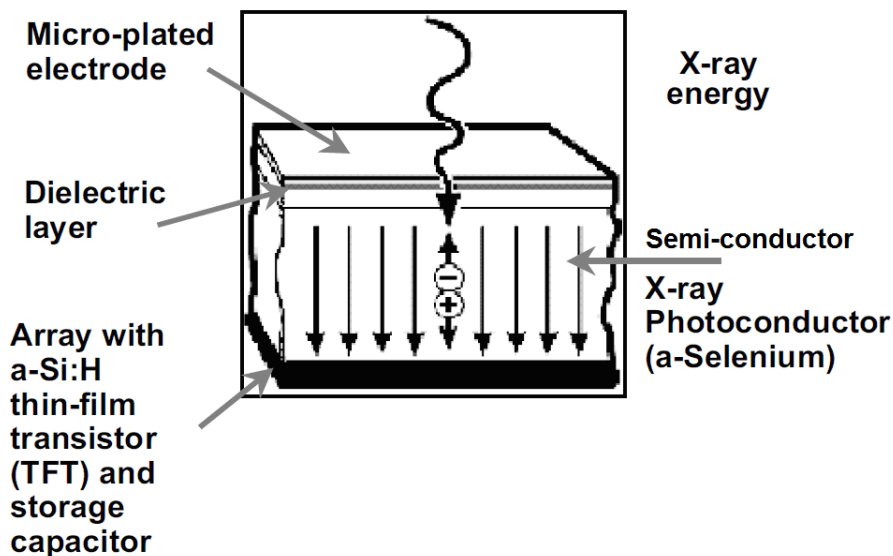


Figure I-5 : Principe des détecteurs à base de Sélénium amorphe [Internet @ 3]

Le a-Se possède une bonne absorption des rayonnements X de faible énergie (20 keV, mammographie) grâce à son numéro atomique Z de 34, mais son coefficient d'absorption reste inférieur au CsI(Tl). Il peut être déposé en grande surface par des procédés d'épitaxie en phase vapeur. Cependant, à cause de sa basse température de recristallisation (de l'ordre de 80 °C), ce matériau est instable et pose des problèmes de fiabilité même à température ambiante. Sa faible mobilité des porteurs de charge et son énergie de création de paires élevée

obligent à utiliser des tensions de polarisations très élevées, ce qui réduit la sensibilité du détecteur.

Plusieurs systèmes pour la radiographie numérique ont donc été présentés. L'utilisation des semi-conducteurs, autre que le Sélénium amorphe, à la place des cristaux scintillateurs dans la technologie des panneaux plats possède de nombreux avantages et sera discuté dans la partie suivante.

1.3. Les semi-conducteurs pour l'imagerie de rayonnement X

Comme nous l'avons vu dans la section précédente, un grand nombre de systèmes commercialisés pour la radiographie fonctionne sur le principe de la conversion indirecte avec des cristaux scintillateurs. Ils reposent sur plusieurs étages de conversion (scintillateur, photodétecteur). Le rendement final du détecteur dépend donc fortement de ces différentes étapes :

- rendement de fluorescence dans le scintillateur.
- atténuation des photons de scintillation dans le matériau.
- quantité de photons arrivant sur le photodétecteur.
- rendement quantique du photodétecteur.

Des progrès ont été apportés à ce type de détecteur. Différentes études ont été réalisées sur le matériau scintillateur, comme la croissance sous forme d'aiguilles pour le CsI:Tl (voir *figure I-4*), et sur les photoconducteurs. Cependant, malgré ces innovations, les limitations liées au principe de fonctionnement de ces détecteurs ne peuvent être corrigées, comme l'émission isotrope des photons visibles ou le rendement quantique des photodétecteurs. Ce qui nous amène à l'intérêt des semi-conducteurs pour la détection de rayonnement X.

Au contraire des cristaux scintillateurs, les détecteurs à base de semi-conducteur fonctionnent par conversion directe des photons X incidents en paires électron-trou. En plus de supprimer une étape de conversion par rapport au scintillateur, l'utilisation des matériaux semi-conducteurs présente plusieurs intérêts.

Selon la gamme d'énergie considérée, le numéro atomique souvent élevé des semi-conducteurs leur permet d'avoir un fort pouvoir d'absorption par effet photoélectrique. Le nombre de charges créées suite à l'interaction d'un photon X est plus important qu'avec un cristal scintillateur, ce qui peut conduire à une réduction de la dose nécessaire.

Les détecteurs à base de semi-conducteurs montrent également une meilleure résolution en énergie grâce aux faibles valeurs d'énergie de création de paire électron-trou et à la qualité des matériaux.

Les charges créées au lieu d'interaction des photons incidents migrent vers les électrodes sous l'application d'un champ électrique. Ce dernier les entraîne selon une direction parallèle aux lignes de champ. L'information spatiale est alors conservée, et ce quelle que soit l'épaisseur du semi-conducteur. Ce qui diffère du scintillateur où les photons de fluorescence sont émis de façon isotrope.

Enfin, un détecteur à semi-conducteur fournit un signal électrique qu'il est facile d'amplifier et de coder afin d'obtenir une information numérique.

Des inconvénients intrinsèques à la mise en œuvre des détecteurs à semi-conducteurs doivent être également relevés. Tout d'abord, les matériaux semi-conducteurs pour la détection de rayonnement X se présentent généralement sous forme de lingots monocristallins. Leur croissance cristalline et la purification des cristaux peuvent être des procédés longs et généralement coûteux. Cette structure n'est pas toujours adaptée à la réalisation de dispositifs grandes surfaces. De plus, le développement de détecteurs semi-conducteurs fait appel à des technologies spécifiques (traitement de surface, dépôt d'électrodes,...). Tout ceci entraîne un surcoût qui augmente le prix de revient des détecteurs à semi-conducteur par rapport aux détecteurs à base de cristal scintillateur. La purification est nécessaire car les défauts de structures ou les impuretés sont des pièges pour les porteurs de charge, ce qui conduit à une dégradation des performances du détecteur. Il faut noter également le courant d'obscurité dû à l'agitation thermique des électrons dans le semi-conducteur qui augmente le bruit du détecteur.

Malgré des propriétés physiques différentes, plusieurs matériaux semi-conducteurs peuvent se prêter à la détection de rayonnement X. Le choix du matériau s'effectue alors selon les critères de l'application visée. Une étude comparative entre les matériaux semi-conducteurs a été effectuée au cours de ce travail de thèse. Elle est présentée dans le chapitre II.

2. Principe de fonctionnement des détecteurs à base de semi-conducteur pour la détection de rayonnement X

La première partie de ce chapitre a montré l'intérêt d'une nouvelle génération de détecteurs pour la détection de rayons X à base de semi-conducteur. L'objectif de cette deuxième partie est d'expliquer le principe de fonctionnement de ces détecteurs. Nous présenterons les différentes interactions rayonnement / matière, la collecte des porteurs de charge et enfin leurs modes de fonctionnement.

2.1. Les interactions rayonnement / matière

2.1.1. Interactions des photons

L'interaction des photons X avec un matériau semi-conducteur peut s'effectuer selon différents processus. On dénombre quatre types d'interaction avec la matière :

- effet photoélectrique.
- diffusion Compton.
- diffusion Rayleigh.
- effet de création de paire (ou matérialisation).

Effet photoélectrique

Dans le cas de l'effet photoélectrique, le photon incident interagit avec un électron d'une des couches électroniques de l'atome en lui cédant l'intégralité de son énergie. Cet électron est éjecté de la couche électronique avec une énergie égale à l'énergie du photon initial diminuée de l'énergie de liaison de l'électron sur sa couche. On parle alors de photoélectron. L'atome se retrouve ionisé et va se désexciter soit en capturant un électron libre, soit par réarrangement de son nuage électronique ce qui provoque l'émission d'un photon de fluorescence. Ce dernier peut à son tour interagir avec le semi-conducteur ou s'échapper (voir *figure I-3*). Le rendement de fluorescence augmente avec le numéro atomique moyen du semi-conducteur de la manière suivante (*figure I-6*, [Kostroun, 1971]) :

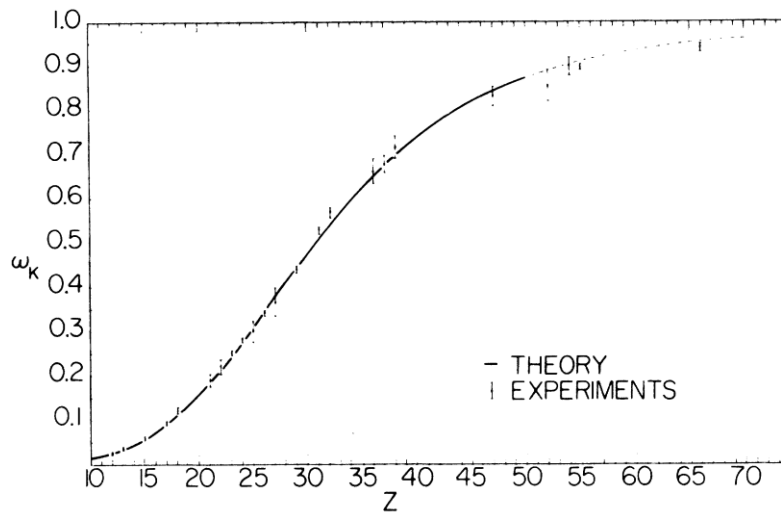


Figure I-6 : Rendement de fluorescence en fonction de Z

Diffusion Compton

Lors d'une interaction Compton, le photon incident perd une partie de son énergie qui est transférée à un des électrons de l'atome. Cet électron se retrouve expulsé et le photon est dévié de sa trajectoire initiale (voir *figure I-7*). Tous deux peuvent interagir à leur tour avec le semi-conducteur. On parle de diffusion incohérente et inélastique car il y a déviation et changement de longueur d'onde du photon.

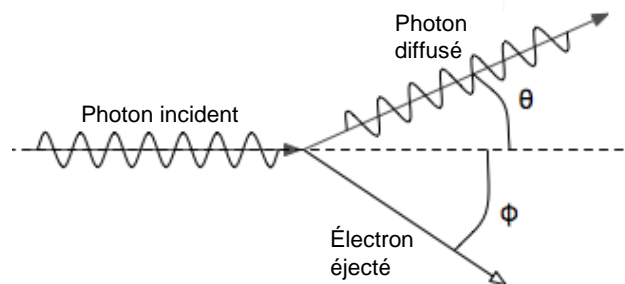


Figure I-7 : Diffusion Compton

Diffusion Rayleigh

Pour la diffusion Rayleigh, le photon initial interagit avec les électrons fortement liés à l'atome sans déposer d'énergie. Le photon va être faiblement dévié (voir *figure I-8*). Dans ce cas, il s'agit de diffusion cohérente et élastique.

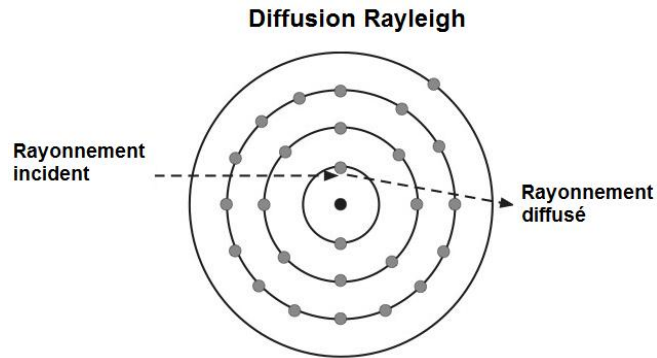


Figure I-8 : Diffusion Rayleigh

Effet de création de paires

L'effet de création de paires électron-positron ne se produit que pour des énergies supérieures à deux fois la masse de l'électron au repos, soit 1,022 MeV. L'interaction se produit au voisinage d'un noyau des atomes du matériau. L'énergie cinétique totale de la paire émise est égale à l'énergie du photon incident moins 1,022 MeV (voir *figure I-9*). Chaque particule va alors pouvoir céder son énergie au milieu. La recombinaison du positron avec un électron donne lieu à l'émission de deux rayons γ de 511 keV dans des directions diamétralement opposées.

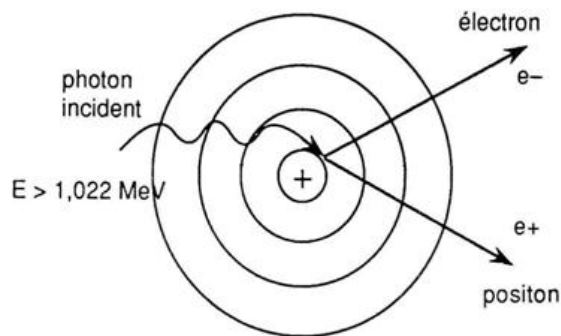


Figure I-9 : Effet de création de paires

L'importance relative des différents processus d'interaction dépend de l'énergie du photon incident et du numéro atomique Z du matériau semi-conducteur. Cette dépendance est donnée, en première approximation, dans le *tableau I-1* [Ponpon, 2007].

Tableau I-1 : Dépendance des interactions photons / matière en fonction de l'énergie du photon et du Z du semi-conducteur

	Photoélectrique	Compton	Création de paires
Energie photon (MeV)	$E^{-7/2}$	$E^{-1/2}$	$(E-1,022)^{2,1}$
Numéro atomique	Z^5	Z	Z^2

L'interaction par effet photoélectrique domine donc pour les faibles valeurs d'énergie des photons (de quelques dizaines à quelques centaines de keV en fonction des matériaux). Pour les hautes énergies, l'interaction se fait par création de paires. On trouve l'effet Compton pour des énergies intermédiaires. Pour une énergie donnée, l'interaction par effet Compton est d'autant plus faible que le numéro atomique moyen du semi-conducteur est élevé. Enfin, la diffusion Rayleigh reste mineure pour les matériaux et les applications visés.

Pour chacune de ces interactions, l'absorption d'un photon s'effectue selon la loi de Beer-Lambert. Pour une épaisseur x , le flux de photons $I(x)$ résultant de la pénétration d'un rayonnement de flux initial I_0 dans un matériau vaut :

$$I(x) = I_0 e^{-\alpha x} \quad (I-1)$$

Avec α , le coefficient d'atténuation linéique qui est égal à la somme des coefficients correspond à chaque type d'interaction :

$$\alpha = \alpha_{photo\acute{e}lectrique} + \alpha_{Compton} + \alpha_{Rayleigh} + \alpha_{paires} \quad (I-2)$$

Dans notre cas, nous cherchons à privilégier l'interaction par effet photoélectrique. Avec une gamme d'énergie maximale de 100 keV pour l'application radiographie X, nous nous sommes donc intéressés à des matériaux avec un numéro atomique moyen Z relativement élevé (> 30 voire 40).

2.1.2. Interactions des électrons

Nous avons montré dans la section précédente que, dans la plupart des interactions entre un photon incident et les atomes du matériau, un électron est expulsé du cortège électronique en emportant une partie ou la totalité de l'énergie du photon. Cet électron va perdre son énergie au fur et à mesure des interactions qu'il va avoir avec le milieu. Ces interactions s'effectuent selon différents processus :

- la collision inélastique, pour laquelle l'électron interagit avec le cortège électronique de l'atome. L'énergie cédée par l'électron reste faible devant son énergie initiale ce qui fait que sa déviation est faible. Cependant, elle augmente avec la distance parcourue dans le matériau et au final l'énergie totale est cédée.
- la collision élastique, qui intervient entre l'électron et le noyau de l'atome. Elle entraîne une déviation de l'électron sans perte de son énergie.
- l'émission de rayonnement de freinage, pour des énergies suffisamment élevées (supérieures à quelques dizaines de keV). L'électron est dévié de sa trajectoire

par attraction coulombienne du noyau de l'atome (sans collision donc) avec une diminution de son énergie et l'émission d'un photon X.

La trajectoire d'un électron peut-être alors décrite comme une succession de libres parcours rectilignes, formant des angles de diffusion dépendants des interactions de cet électron avec le matériau. Il faut noter que plus l'énergie de l'électron est élevée, plus il pénètre profondément dans le matériau. Tandis que plus le numéro atomique moyen Z du matériau est élevé, plus celui-ci stoppe le parcours de l'électron. Dans notre cas (énergie des rayons X considérée et semi-conducteur avec un grand Z), l'électron cède plus rapidement la totalité de son énergie qu'un photon. Le dépôt d'énergie est donc bien localisé et permet de remonter au lieu d'interaction.

Cependant, dans le cas d'interaction photoélectrique ou par effet Compton, une partie de l'énergie totale du photon incident est conservée par le photon dévié ou transmise à un photon de fluorescence. Ces derniers interagissent plus loin dans le matériau. Le dépôt de l'énergie totale n'est donc plus localisé, voire perdu dans le cas de l'échappement du photon. Ce phénomène entraîne une dégradation de la résolution spatiale du détecteur si une partie conséquente de l'énergie est déposée loin de la première interaction, et de la résolution en énergie si une partie de l'information est perdue.

2.2. La collecte des porteurs de charges

Les détecteurs à base de semi-conducteurs fonctionnent selon un procédé de conversion directe de l'énergie du rayonnement X incident en signal électrique.

L'absorption de l'énergie d'un photon incident dans un semi-conducteur conduit à la création d'un nombre moyen N de paires électron-trou selon la loi suivante :

$$N = \frac{E_0}{E_{\text{création-paire}}} \quad (\text{I-3})$$

N dépend donc de l'énergie du photon et de l'énergie moyenne pour créer une paire électron-trou. Cette énergie est liée à la largeur de la bande interdite E_g du semi-conducteur [Klein, 1968]. De manière générale, N décroît quand E_g augmente. Pour les semi-conducteurs utilisés pour la détection de rayonnement, N reste cependant bien plus élevé (cinq fois plus) que pour les cristaux scintillateurs.

La figure I-10 présente un schéma de principe d'un détecteur à semi-conducteur.

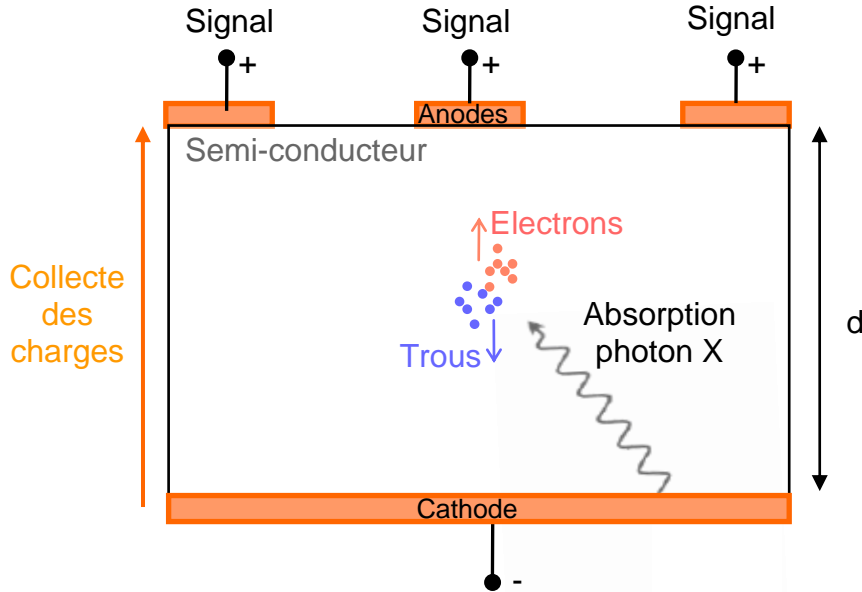


Figure I-10 : Schéma de principe d'un détecteur semi-conducteur en structure planaire

La figure précédente représente un détecteur semi-conducteur avec une structure de détection dite planaire. Il s'agit de la géométrie conventionnellement utilisée pour un détecteur semi-conducteur. Elle est constituée d'une électrode pleine face et d'une électrode souvent pixellisée. Un champ électrique est appliqué sur le détecteur. Sous l'influence de ce champ, les porteurs de charge créés par l'absorption d'un photon vont migrer vers les électrodes métalliques. A cause de leur déplacement, ils vont induire sur l'électrode de collecte un signal électrique que l'on peut mesurer. Selon le théorème de Ramo-Shockley [Ramo, 1939] [Shockley, 1938], le courant induit est directement lié à l'épaisseur de la zone sensible du semi-conducteur et à la distance entre le point d'interaction (lieu de création des charges) et l'électrode concernée. Dans l'hypothèse où le champ électrique appliqué est uniforme (la vitesse des porteurs v est donc constante), on obtient pour N_0 paires électron-trou créées au point d'interaction x_0 d'un détecteur :

$$i = N_0 q \vec{v} \vec{\nabla} \Psi \quad (\text{I-4})$$

Ψ est la fonction de pondération. Elle représente la zone d'influence de l'électrode collectante et vaut entre 0 (autre électrode) et 1 (électrode collectante).

Les électrons et les trous ayant le plus souvent des mobilités (μ_n et μ_p respectivement) différentes, cela donne :

$$I_n = N_0 q \vec{v}_n \vec{\nabla} \Psi \quad (\text{I-5})$$

$$I_p = N_0 q \vec{v}_p \vec{\nabla} \Psi \quad (\text{I-6})$$

Avec :

$$\vec{v}_n = -\mu_n \vec{\nabla} \varphi$$

$$\vec{v}_p = \mu_p \vec{\nabla} \varphi$$

φ étant le potentiel appliqué sur le semi-conducteur.

La charge induite sur une électrode est ensuite obtenue en intégrant temporellement le courant.

Il ne faut pas oublier de prendre également en compte les phénomènes de piégeage et de recombinaison des charges qui perturbent la collecte. Le courant induit se trouve alors modifié. Dans le cas où le temps de mesure est court devant la durée de dépiégeage, des charges sont perdues et on mesure une charge plus faible que celle déposée, ce qui mène à une perte d'information. Le paramètre physique représentant la durée de vie des électrons τ_n et des trous τ_p des semi-conducteurs doit donc être pris en compte dans le calcul du nombre de porteurs de charge. Ce dernier devient, avec l'hypothèse d'un piégeage homogène :

$$N_{\text{électron,trou}} = N_0 e^{\frac{-t}{\tau_{n,p}}} \quad (\text{I-7})$$

Le courant induit par la migration des électrons devient alors :

$$I_n(t) = N_0 e^{\frac{-t}{\tau_n}} q \mu_n \vec{\nabla} \phi \vec{\nabla} \Psi \quad (\text{I-8})$$

La charge induite vaut donc :

$$Q_n = \int_0^T N_0 e^{\frac{-t}{\tau_n}} q \mu_n \vec{\nabla} \phi \vec{\nabla} \Psi dt \quad (\text{I-9})$$

Nous obtenons le même type d'équation pour les trous.

Lorsque toutes les charges sont collectées, la charge totale mesurée représente la somme des contributions des électrons et des trous.

Nous pouvons alors définir l'efficacité d'induction des charges CIE (Charge Induced Efficiency), qui est le rapport entre la charge induite sur l'électrode de mesure après le temps de mesure et la charge déposée lors de l'interaction entre le photon et le semi-conducteur :

$$CIE(t) = \frac{Q_n + Q_p}{qN_0} \quad (\text{I-12})$$

La CIE est donc directement liée aux paramètres physiques intrinsèques du matériau (mobilité et durée de vie avant piégeage des électrons et des trous), à la géométrie de détection (potentiel de pondération) et à aux conditions d'utilisation du détecteur (potentiel appliqué). Elle vaut entre 0 et 1 et est représentative des performances du détecteur.

Les performances du détecteur sont également jugées sur la résolution en énergie (c'est-à-dire la capacité à séparer les énergies des photons X mesurés par rapport à celles des photons incidents). Dans le cas d'un détecteur semi-conducteur, plusieurs paramètres affectent la résolution en énergie :

- la création de paires électron-trou étant un phénomène statistique, sa fluctuation est régie par une loi de Poisson. Sa variance vaut $\sigma^2_{N_0} = \sqrt{FN_0}$ où F représente le facteur de Fano. Ce dernier prend des valeurs comprises entre 0,1 et 0,5 pour les semi-conducteurs usuels. La charge induite étant proportionnelle à N_0 , alors la variation du nombre de paires se traduit par une fluctuation des impulsions mesurées.
- le bruit électronique altère également la résolution en énergie. Pour un détecteur semi-conducteur, le bruit électronique est essentiellement lié au courant

d'obscurité du détecteur, à sa capacité et aux bruits dus aux composants électroniques nécessaires à la préamplification du signal. Le bruit électronique entraîne un élargissement des impulsions mesurées.

- le piégeage des charges pendant leur migration modifie également la charge induite mesurée et provoque des traînées dans les impulsions.

Après la création des paires électron-trou suite à l'interaction d'un photon incident avec le semi-conducteur, nous mesurons la charge induite sur les électrodes par la migration des porteurs de charges sous l'application d'un champ électrique. Nous avons vu que des phénomènes physiques liés à la nature du matériau et au système complet de détection peuvent venir perturber cette mesure. L'efficacité du détecteur dépend également de l'épaisseur du semi-conducteur. Un choix judicieux du matériau semi-conducteur et de la géométrie de détection est donc obligatoire afin de réduire au maximum ces différentes sources de bruit et améliorer les performances du détecteur.

2.3. Les modes de fonctionnement d'un détecteur semi-conducteur

Dans la section précédente, le principe d'une chaîne de détection de rayons X a été expliqué. Un détecteur à base de semi-conducteur convertit l'énergie d'un photon incident en un signal électrique mesurable : une impulsion de courant directement proportionnelle à l'énergie mesurée. Ce courant est induit par la migration des électrons et des trous créés par l'absorption du photon par le semi-conducteur.

Généralement, dans la suite de la chaîne de mesure, l'impulsion de courant est convertie en impulsion de tension par l'intermédiaire d'une capacité, amplifiée et mise en forme. En imagerie médicale, plusieurs façons de traiter ces impulsions de tensions existent.

Intégration :

La mesure du flux de photons s'effectue en intégrant la charge mesurée pendant une durée donnée. Dans ce cas, on perd la notion de photon. Cette méthode est majoritairement utilisée pour la radiographie X. La *figure (I-11)* présente le principe de l'intégration.

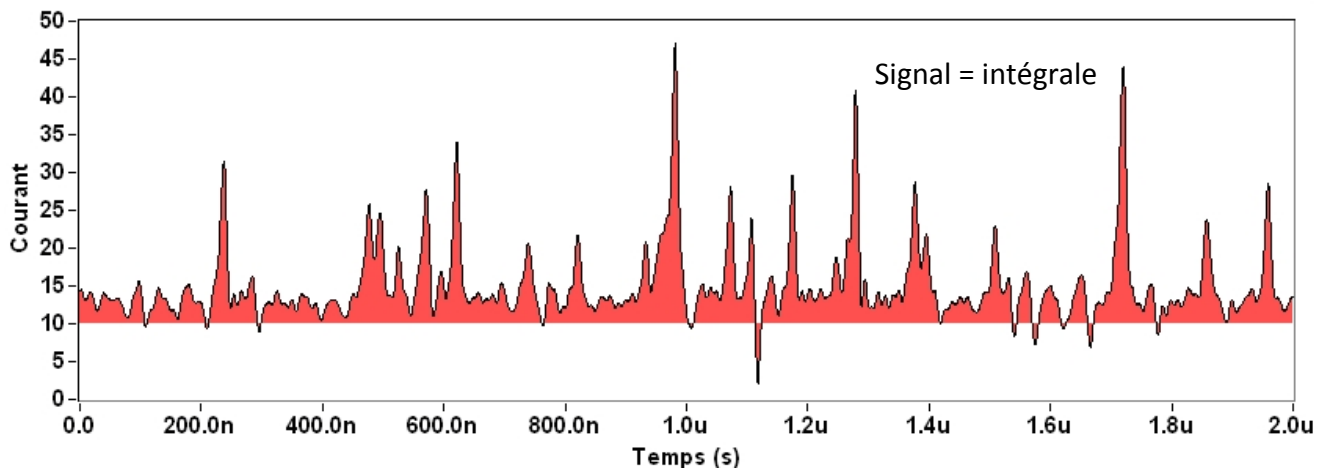


Figure I-11 : Principe de la mesure du flux de rayons X par intégration

Comptage :

Cette fois, on cherche à compter les photons indépendamment les uns des autres. Ce comptage s'effectue par rapport à un ou plusieurs seuils. Plusieurs systèmes en imagerie médicale utilisent ce type de mesure, notamment les scanners. La *figure (I-12)* présente le principe de la mesure par comptage.

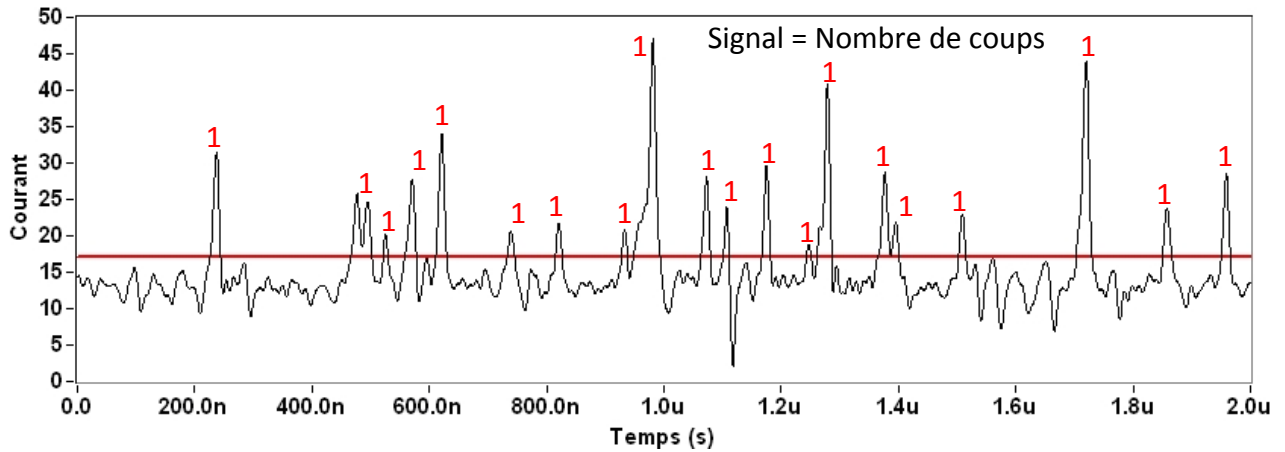


Figure I-12 : Principe de la mesure du flux de rayons X par comptage

Spectroscopie :

La spectroscopie reprend le principe du comptage mais en cherchant cette fois à mesurer l'énergie de chaque photon. Dans ce cas, les impulsions électriques mesurées sont dénombrées en fonction de leur amplitude et on obtient alors leur distribution en fonction de la charge collectée. Ce qui nous donne alors un spectre en énergie du rayonnement incident. Cette méthode de mesure nécessite une haute résolution en énergie. Elle est principalement utilisée en imagerie γ . La *figure (I-13)* présente un exemple de spectre d'une source d' ^{241}Am obtenu avec un détecteur pixellisé en GaAs (laboratoire « Institute of Measurements », Bratislava).

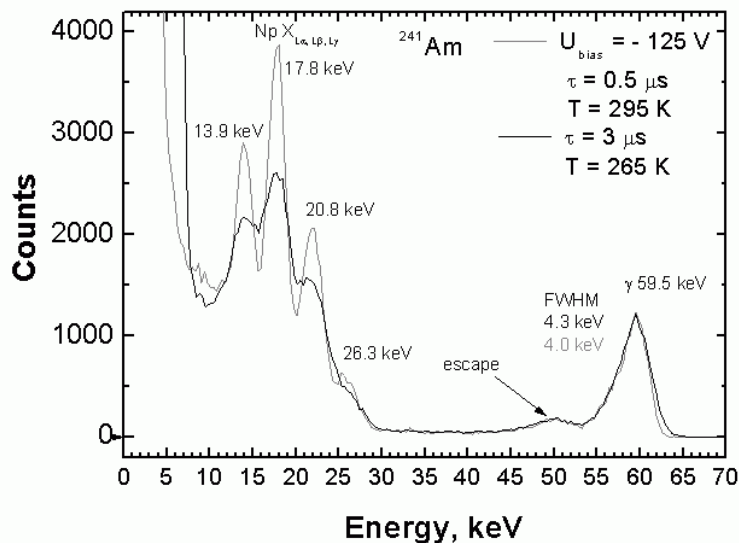


Figure I-13 : Spectre d'une source d' ^{241}Am obtenu avec un détecteur pixellisé en GaAs (laboratoire « Institute of Measurements », Bratislava)

Trois modes de fonctionnement principaux sont donc utilisés en imagerie médicale pour la mesure du flux de photons incidents. Dans l'application visée par cette étude, soit la radiographie X, la mesure par intégration est la plus couramment choisie.

2.4. Intérêt du passage en mode comptage

Les détecteurs pour la radiographie X sont basés principalement sur la mesure du flux de photons incidents par intégration du signal de charge. Cependant, la mesure par intégration a ses limites. En intégrant le signal de chaque photon, elle donne plus de poids aux photons de haute énergie qu'à ceux de basse énergie, ce qui diminue le contraste et augmente la dose nécessaire envoyée sur le patient. Une partie de l'information spectrale est perdue. De plus, cette méthode est particulièrement affectée par le courant d'obscurité du détecteur semi-conducteur, qui dégrade le rapport signal/bruit et augmente la taille du plus petit objet discernable.

De récentes études montrent l'intérêt de passer en mode comptage des photons plutôt que l'intégration pour l'imagerie de rayonnement X.

Plusieurs équipes travaillent sur l'utilisation de la pondération en énergie pour des détecteurs X. [Giersh, 2004] expliquent que, par simulation, ils améliorent le rapport signal / bruit et peuvent diminuer la dose envoyée sur le patient d'un facteur 2.5 sans réduire la qualité de l'image X en comptant ou en pondérant les photons en fonction de leur énergie par rapport à l'intégration. Les photons de basse énergie sont mieux pris en compte qu'en intégration, ce qui améliore le contraste de l'image. [Niederlöhner, 2005] montrent des mesures expérimentales, réalisées avec le circuit Medipix2, qui prouvent l'amélioration du rapport signal / bruit en passant en mode comptage et pondération.

[Dierickx, 2009] partent du principe que le comptage en bi ou multi énergies permet d'ajouter des informations spectrales à une image X. Ils montrent l'intérêt de cette méthode pour une application mammographie en imagerie X en couleur. Ce qui devrait permettre d'améliorer la qualité du diagnostic clinique. [Pangaud, 2007] ont également développé des imageurs X en comptage.

Un système complet en comptage de photons pour la mammographie est d'ailleurs déjà commercialisé par l'entreprise SECTRA [Internet @ 4]. Le semi-conducteur choisi pour la détection est le silicium, dopé au bore et avec une haute pureté. L'originalité de ce système repose sur l'irradiation du silicium par la tranche. Un premier collimateur absorbe le rayonnement X incident qui n'est pas dirigé vers le détecteur. Un deuxième collimateur, placé juste avant le détecteur absorbe le rayonnement diffusé. Le détecteur possède les dimensions suivantes : épaisseur 300 μm , longueur 24 cm, hauteur 10 mm (soit l'épaisseur d'absorption des photons incidents). Le pas des électrodes est de 50 μm et chaque bande peut compter $0,5 \cdot 10^6$ photons/s. La figure (I-14) propose un schéma du système de SECTRA.

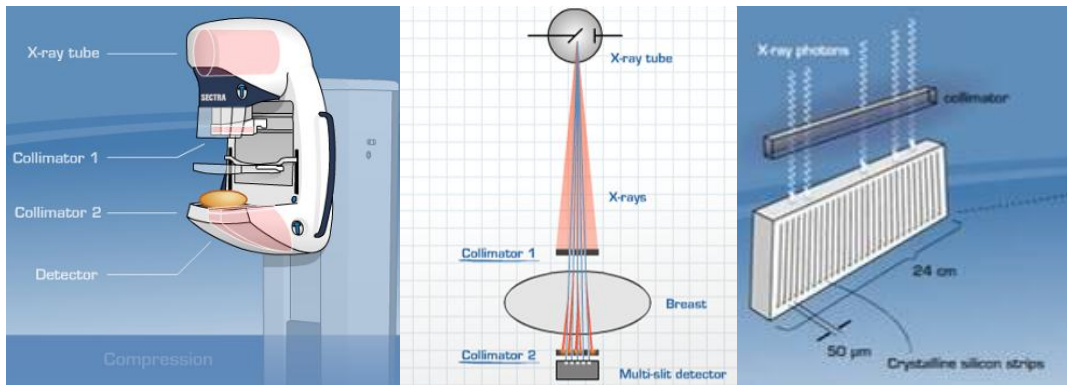


Figure I-14 : Système de mammographie commercialisé par SECTRA [Internet @ 4]

Le passage en mode comptage des photons prouve donc son intérêt pour l'imagerie médicale de rayonnement X. Il permet principalement de réduire la dose de rayonnement envoyée sur le patient et d'améliorer le contraste des images obtenues.

Ce travail de thèse se place donc dans cette optique. Nous cherchons à développer un détecteur à base de semi-conducteur qui fonctionne en mode comptage pour la radiographie X.

3. Contexte du travail de thèse

Dans les sections précédentes, nous avons montré que, pour l'application radiographie X médicale, les systèmes commercialisés fonctionnent le plus souvent avec un détecteur à base de cristal scintillateur en mode intégration. Les études tendent à prouver qu'un détecteur à base de semi-conducteur est plus performant, notamment en termes de résolution en énergie (nombre de charges créées élevé) et de résolution spatiale intrinsèque (meilleure localisation du point d'interaction). Ce travail se positionne sur l'étude de détecteurs semi-conducteurs, avec en points de départ le choix d'un matériau semi-conducteurs et d'une géométrie de détection.

Nous avons vu dans les sections précédentes que plusieurs semi-conducteurs pouvaient être choisis comme matériau de détection pour les rayons X, et ce en fonction de l'application visée.

Dans le cadre de l'imagerie médicale X ou γ de nombreuses études portent sur le CdTe et le CdZnTe comme semi-conducteurs choisis. Tous deux possèdent les paramètres physiques nécessaires pour leur utilisation en médical. Ils absorbent bien les photons grâce à leur numéro atomique moyen élevé, ont une résistivité élevée, peuvent être utilisés à température ambiante et ont une bonne mobilité et durée de vie des électrons. Leurs caractéristiques et leur développement dans le cadre de système complet de détection X en font donc des candidats idéaux.

Ce travail de thèse s'effectue dans un contexte d'avenir en choisissant de travailler sur une nouvelle génération de détecteurs à base de semi-conducteur.

D'un point de vue légal, le cadmium est soumis depuis 2006 à une réglementation européenne via la norme « **R**estriction of the use of certain **H**azardous **S**ubstances in electrical and electronic equipment » (RoHS) [Internet @ 5]. Cette norme a pour objectif de limiter l'utilisation de six substances considérées comme dangereuses, telle que le plomb, le mercure ou encore le cadmium. Ceci ayant pour but de contrôler la dissémination environnementale de ces substances. Pour le moment, les dispositifs médicaux ne sont pas concernés par cette norme. Mais leur inclusion est prévue.

Un des premiers objectifs de la thèse est donc de choisir un autre matériau que le CdTe ou le CdZnTe.

Or, le choix d'un autre semi-conducteur ne sera pas suffisant. Nous avons vu, dans les sections précédentes, que dans la plupart des cas, un détecteur à base de semi-conducteur utilise une géométrie de détection dite planaire (électrodes déposées en surface du matériau). Cette géométrie fonctionne très bien pour le CdTe ou CdZnTe, grâce à leur résistivité élevée qui permet d'appliquer de forts champs électriques et une bonne collecte des charges assurée par leur propriété de transport des électrons. Elle possède cependant certaines limites. Pour la géométrie planaire, l'épaisseur du matériau se retrouve être un paramètre crucial. En effet, elle est responsable d'un compromis entre l'efficacité d'absorption des photons incidents (qui augmente avec l'épaisseur) et l'efficacité de collecte des charges (qui diminue lorsque l'épaisseur augmente). Le CdTe et le CdZnTe répondent le mieux à ce compromis. Donc, en plus de choisir un autre matériau semi-conducteur (qui sera moins performant), nous voyons bien qu'il sera nécessaire de choisir (ou imaginer) une géométrie de détection mieux adaptée que la structure planaire. Ce qui constituera le deuxième objectif de ce travail de thèse.

Pour résumer, cette étude porte donc sur le développement d'un détecteur pour la radiographie X médicale à base d'un semi-conducteur différent du CdTe et du CdZnTe et d'une nouvelle architecture de détection.

Conclusion

L'application visée par ce travail de thèse est la radiographie X (gamme d'énergie comprise entre 20 et 100 keV). La radiographie X fournit une image en transmission de l'objet radiographié obtenue par l'atténuation du flux de photons incident. Dans le cadre de l'imagerie médicale, les détecteurs doivent répondre à un certain nombre de critères, notamment en termes d'absorption des photons, de résolution spatiale et de résolution en énergie.

Actuellement, pour la radiologie numérique, la majorité des systèmes commercialisés fonctionne sur le principe de conversion indirecte du flux incident en signal mesurable par un cristal scintillateur couplé à un photodétecteur. Le signal est ensuite intégré pendant une durée donnée. Des études ont prouvé l'intérêt de remplacer le scintillateur par un matériau semi-conducteur, ce qui permet notamment d'améliorer la résolution en énergie grâce à un nombre de charges créées plus important. Le choix du matériau semi-conducteur et de la géométrie de

détection est, du coup, crucial car il influe sur l'efficacité de collecte du détecteur et donc sur ses performances.

Cette étude propose donc de développer des détecteurs à base de semi-conducteurs pour la radiographie X et avec pour objectif de fonctionner en mode comptage de photons. Dans un contexte de nouveauté, nous cherchons également à utiliser un autre matériau semi-conducteur que le CdTe ou le CdZnTe, semi-conducteurs les plus étudiés pour l'imagerie médicale, et une nouvelle géométrie de détection.

Un état de l'art sur les matériaux et les géométries utilisées pour la détection de rayons X sera présenté dans le chapitre suivant.

Chapitre II

Matériaux semi-conducteurs et architectures de détecteur pour la détection de rayonnement X

1. Etat de l'art des matériaux semi-conducteurs pour la détection de rayons X.....	38
1.1. Critères de sélection pour l'imagerie médicale	38
1.2. Méthodes de croissance cristalline	41
1.3. Les matériaux semi-conducteurs utilisés pour la détection de rayons X	45
1.3.1. Le Silicium	45
1.3.2. L'Arséniure de Gallium	47
1.3.3. Le phosphore d'indium	54
1.3.4. Le bromure de thallium	57
1.3.5. Le tri-iodure de bismuth	59
1.3.6. Les chalcogénures semi-conducteurs	60
1.3.7. Les semi-conducteurs organiques ou polymères	62
1.3.8. Synthèse	63
2. Etat de l'art des architectures de détecteurs pour la détection de radiations	64
2.1. La géométrie 3D et semi-3D pour le silicium	65
2.2. La géométrie 3D pour d'autres matériaux.....	68
2.3. Les nanofils	74
2.4. Les micro-bolomètres.....	76
2.5. Synthèse	78
Conclusion.....	78

Le chapitre I a permis de montrer qu'une nouvelle génération de détecteurs à base de semi-conducteurs pour l'imagerie médicale tend à se développer pour remplacer les systèmes actuels à base de cristaux scintillateurs. Depuis de nombreuses années, le choix s'est porté sur le CdTe ou le CdZnTe comme matériau de détection. En effet, ces deux semi-conducteurs possèdent les caractéristiques nécessaires pour une utilisation en imagerie médicale. Cependant, l'utilisation du cadmium est restreinte par la norme européenne RoHS. Cette norme ne concerne pas encore le domaine médical mais le pourrait dans le futur. C'est pourquoi nous nous sommes orientés vers d'autres semi-conducteurs pour cette étude.

En parallèle de l'évaluation d'un autre matériau, nous devons réfléchir à une nouvelle architecture de détecteurs. En effet, la géométrie planaire utilisée pour les détecteurs à base de CdTe et de CdZnTe est trop restrictive, car ses performances sont limitées par l'épaisseur de matériau. Nous cherchons un procédé technologique permettant l'amélioration des performances des détecteurs avec un autre semi-conducteur que le CdTe.

Ce chapitre propose de faire un état de l'art des matériaux semi-conducteurs (différents du CdTe / CdZnTe) et des structures de détection. Nous commencerons par celui des matériaux, en nous attardant sur les critères de sélection propres à l'imagerie médicale et les différentes méthodes de croissance cristalline. Dans une deuxième partie, nous détaillerons les structures utilisées pour la détection de radiations (X , γ).

1. Etat de l'art des matériaux semi-conducteurs pour la détection de rayons X

1.1. Critères de sélection pour l'imagerie médicale

Les détecteurs à base de semi-conducteurs sont susceptibles d'être utilisés pour plusieurs types de rayonnements. En fonction de leur nature (rayons X ou γ , particules chargées de haute énergie ou α) et de leur gamme d'énergie (de quelques centaines d'eV à plusieurs MeV, voire supérieure au GeV), plusieurs semi-conducteurs peuvent servir de matériaux de détection. L'étude de l'application permet alors de dégager un certain nombre de critères à satisfaire. Certains convergent et peuvent être satisfaits pour un même détecteur, tandis que d'autres sont antagonistes et nécessitent un compromis.

Dans notre cas, nous nous intéressons à l'étude des rayons X pour une énergie comprise entre 20 et 60 keV et appliquée à l'imagerie médicale. Nous allons maintenant détailler les critères propres à cette application.

En premier critère, nous pouvons citer celui du numéro atomique Z (voire de la densité) du composé semi-conducteur. Le Z doit être supérieure à 30, voire 40 afin d'avoir une bonne efficacité d'absorption des photons incidents. En effet, le détecteur ne doit pas perdre une partie des photons incidents envoyés sur le patient, qui serait alors une dose inutile. De plus, comme nous l'avons vu dans le chapitre I, avoir un grand Z permet de privilégier des interactions photons / matière de type photoélectrique, ce qui est l'objectif recherché. Les courbes de la *figure II-1* représentent l'épaisseur nécessaire de quelques matériaux semi-

conducteurs pour stopper 90% des photons incidents en fonction de leur énergie en keV. Ces épaisseurs ont été obtenues à partir des sections efficaces d'absorption des matériaux calculées à l'aide de la base de données du NIST [Internet @ 6].

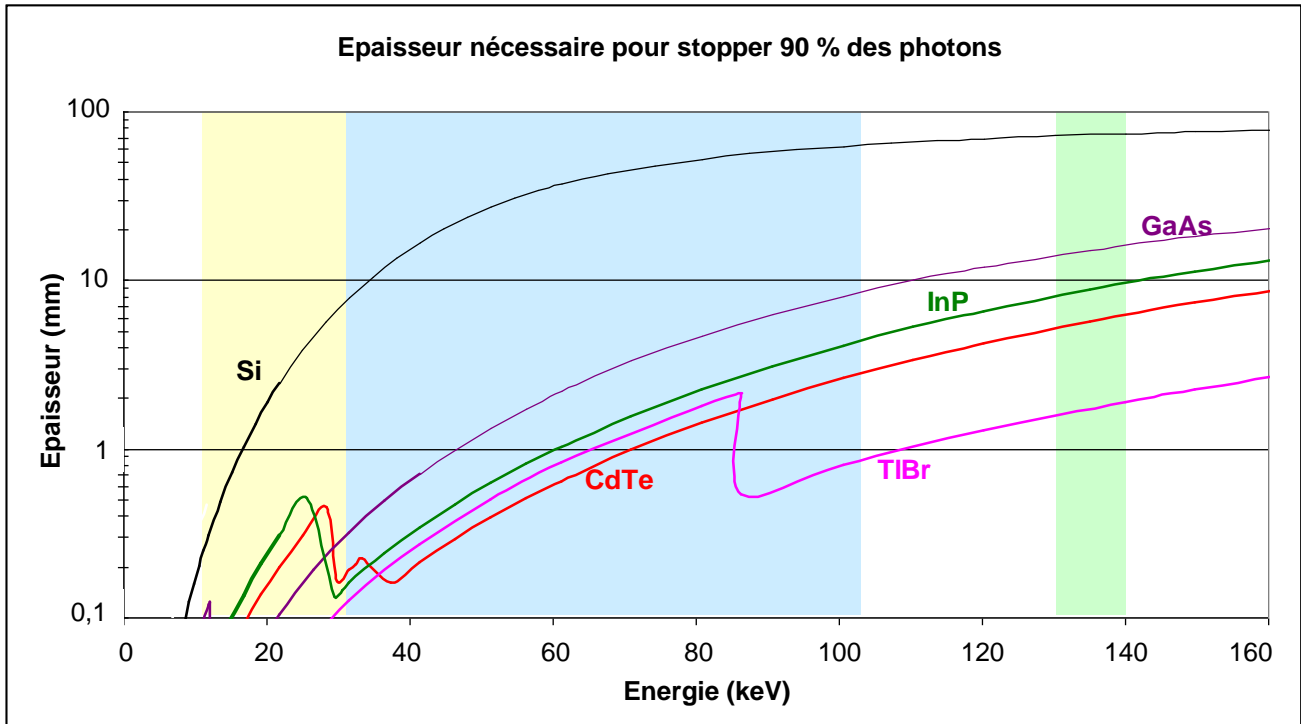


Figure II-1 : Epaisseur de matériau (en mm) nécessaire pour stopper 90% des photons incidents en fonction de leur énergie (en keV) et pour différentes applications (mammographie, radiographie, scintigraphie)

Nous avons reporté sur ce graphique les différents domaines de l'imagerie médicale (mammographie X, radiographie X et scintigraphie γ). Le *tableau II-1* résume quelques valeurs clés.

Tableau II-1 : Epaisseur de Si, GaAs et CdTe nécessaire pour stopper 90% des photons en fonction de 3 énergies (20, 50 et 140 keV)

Epaisseur (mm)	Si	GaAs	CdTe
20 keV	2,33	0,1	0,19
50 keV	25,67	1,28	0,38
140 keV	69,59	17,24	6,03

L'épaisseur de matériau entraîne deux limites contraignantes sur le choix du matériau. Tout d'abord, une limitation technique liée à la croissance du matériau. Il faut être capable de produire l'épaisseur nécessaire avec une bonne pureté cristalline et de la transformer (découpe, polissage, traitement de surface,...). Par exemple, pour le silicium, une épaisseur maximale de 2 mm est atteignable (fournisseur SINTEF [Internet @ 7]). Enfin, en fonction de l'architecture du détecteur et des propriétés de transport des charges du matériau, une trop grande épaisseur peut réduire les performances du détecteur.

La résistivité intrinsèque du semi-conducteur constitue un second critère de sélection. Une forte résistivité permet de limiter le courant d'obscurité, et par conséquent, le bruit du détecteur. De préférence, elle doit être supérieure à $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$.

L'environnement dans lequel le détecteur devra fonctionner est également un critère. En particulier, pour l'imagerie médicale, le détecteur doit fonctionner à température ambiante car il se situera près du patient. C'est alors une condition à satisfaire pour la largeur de la bande interdite du semi-conducteur. E_g doit généralement être supérieure à 1,4 eV. Ce qui élimine l'utilisation du Ge par exemple, qui obtient pourtant une excellente résolution en énergie mais en étant refroidi à 70 K.

Les propriétés de transport (mobilité μ et durée de vie τ) des électrons et des trous sont aussi soumises à des restrictions. La présence de pièges dans le matériau rajoute du bruit sur la mesure. La perte des porteurs se traduit également par une détérioration de la résolution en énergie et une diminution du contraste. Une collecte convenable des porteurs ne peut s'effectuer que dans le cas où la distance parcourue par ces derniers pour atteindre l'électrode collectante est très inférieure à celle qu'ils peuvent parcourir avant piégeage. Cette valeur, appelée libre parcours moyen des charges, se calcule de la façon suivante :

$$\lambda = \mu\tau E \text{ avec } E : \text{ champ électrique appliqué} \quad (\text{II-1})$$

La valeur du paramètre λ dépend directement des caractéristiques physiques du matériau (mobilité, résistivité qui impose un champ électrique maximal à appliquer), de la qualité cristalline du matériau (durée de vie avant piégeage) et du dispositif en lui-même (tension, et donc champ, appliqué). Quelques ordres de grandeurs des valeurs de λ sont donnés dans le *tableau II-2 [Owens, 2004]*.

Tableau II-2 : Libre parcours moyen des électrons et des trous pour le Si, le GaAs et le CdTe

	Si	GaAs	CdTe
Champ (kV/cm)	1	1	1
Electrons	140 m	0,6 mm	3 cm
Trous	20 cm	0,4 mm	2 mm

Dans notre contexte d'étude, la toxicité du composé semi-conducteur par rapport à la norme RoHS est également un critère de sélection. En plus du CdTe et CdZnTe, nous pouvons alors éliminer le HgI₂ et le PbI₂ comme matériaux possibles.

Un dernier critère sur la maîtrise technologique du matériau peut être enfin évoqué. Dans le cadre de la radiographie X, la surface du détecteur doit pouvoir atteindre 43x43 cm² (dimension moyenne du thorax). Il faut donc être capable de produire un matériau en grande surface, selon une certaine épaisseur et avec une grande pureté cristalline. Une maîtrise des différents traitements appliqués au matériau, tels que la découpe, le traitement de surface, le dépôt d'électrodes métalliques, est également nécessaire. Tout cela en plus avec un prix raisonnable.

Quelques propriétés essentielles de semi-conducteurs classiques utilisés en détection de radiations sont présentées dans le *tableau II-3* [Owens, 2004].

Tableau II-3 : Paramètres physiques de quelques semi-conducteurs usuels

Matériaux	Densité (g/cm ³) et Numéro atomique	Résistivité (Ω.cm)	Mobilité des électrons (cm ² V ⁻¹ s ⁻¹)	Durée de vie des électrons (s)	Mobilité des trous (cm ² V ⁻¹ s ⁻¹)	Durée de vie des trous (s)	Largeur de bande interdite (eV)	Maîtrise techno-logique	Toxicité
CdTe	5,85 48 ; 52	10 ⁹	1100	3.10 ⁻⁶	100	2.10 ⁻⁶	1,44	++	-
CdZnTe	5,78 48 ; 30 ; 52	10 ¹⁰ -10 ¹²	1000	3.10 ⁻⁶	120	10 ⁻⁷	2	+	-
Si	2,33 14	<10 ⁴	1400	>10 ⁻³	1900	10 ⁻⁵	1,12	++++	++++
GaAs	5,32 31 ; 33	10 ⁷	>6500	10 ⁻⁸	400	10 ⁻⁷	1,43	+++	+++
InP	4,78 49 ; 15	10 ⁶	4600	1,5.10 ⁻⁹	150	<10 ⁻⁷	1,35	++	++++
TlBr	7,56 81 ; 35	10 ¹² à 10 ¹⁴	30	2,5.10 ⁻⁶	4	10 ⁻⁶	2,68	-	?

De manière générale, du fait de son faible numéro atomique, le Si ne serait utilisable que pour une application basse énergie telle que la mammographie. Le GaAs et l’InP possèdent tous deux de bons produits $\mu\tau$ mais aussi une résistivité moyenne. Au contraire, le TlBr bénéficie d’une très forte résistivité, qui permettra de pouvoir lui appliquer un fort champ électrique.

1.2. Méthodes de croissance cristalline

Les semi-conducteurs se trouvent sous deux formes principales : en lingot monocristallin que l’on découpe ensuite en wafer (ou galettes), ou en couches minces obtenues par épitaxie. L’objectif de cette section est de faire un rappel succinct des procédés de croissance les plus utilisés.

Pour obtenir un monocristal, plusieurs méthodes de croissance existent. Cette variabilité dépend de la nature du semi-conducteur, de sa température de fusion, de la résistivité attendue et de l’épaisseur et du volume souhaités. Malgré tout, les principes physiques mis en jeu demeurent à peu près les mêmes pour toutes ces techniques.

Nous avons vu dans le chapitre I qu’il y a une relation directe entre les performances du détecteur et les caractéristiques du matériau de base (perfection cristalline et pureté chimique). La purification des semi-conducteurs, la croissance de monocristaux sans défauts physiques et, dans certains cas, la synthèse de composés stœchiométriques sont donc des impératifs à satisfaire.

Une première méthode très utilisée, notamment pour la fabrication du silicium, est appelée **Czochralski**, dont on peut voir le schéma de principe en *figure II-2* [Internet @ 8].

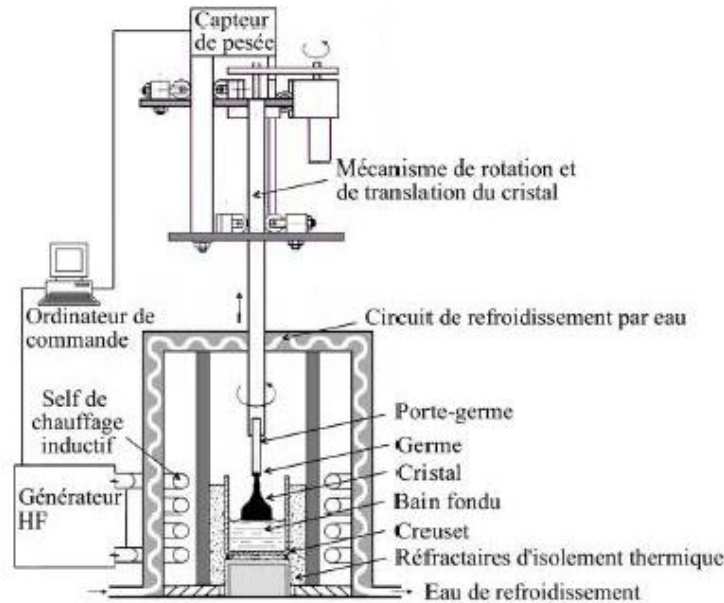


Figure II-2: Principe de la méthode de tirage de Czochralski [Internet @ 8]

Dans cette technique, des morceaux de matériaux à cristalliser sont chauffés dans un creuset jusqu'à atteindre une température au dessus du point de fusion. Après homogénéisation de la masse fondue, un germe monocristallin orienté du cristal à obtenir est plongé dans le haut du bain. Le bain se solidifie alors sur le germe légèrement plus froid et le cristal ainsi formé est extrait en tirant graduellement le germe vers le haut. Une deuxième technique, dérivée de la Czochralski, s'appelle la Liquid Encapsulated Czochralski (**LEC**). Elle reprend le même principe, mais cette fois en encapsulant le bain fondu dans un liquide qui possède une température d'évaporation plus haute pour éviter la propagation des vapeurs. Cette méthode permet de mieux contrôler la pureté du matériau, surtout dans le cas de composés semi-conducteurs. De grandes épaisseurs de cristal et des diamètres conséquents (jusqu'à 12 pouces) peuvent être obtenus avec la méthode Czochralski et ses dérivées.

La méthode de **Bridgman-Stockbarger verticale**, autre dérivée de la technique Czochralski est aussi fréquemment utilisée. Son principe est montré en *figure II-3*.

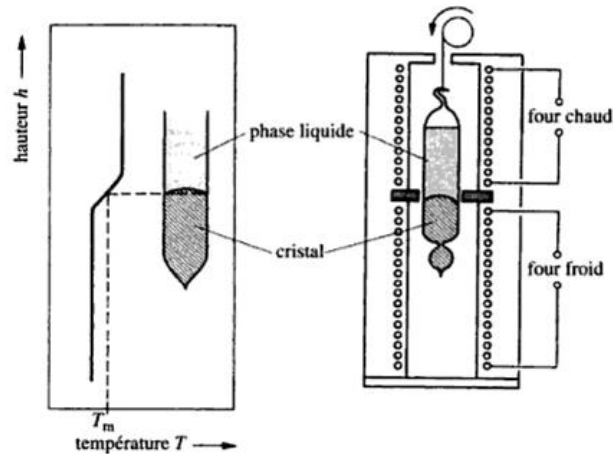


Figure II-3 : Principe de la technique de Bridgman-Stockbarger

Le composé est fondu dans un creuset scellé. L'ampoule se déplace ensuite dans un four dans lequel un gradient de température a été établi au préalable. Le composé passe ainsi progressivement d'une zone chaude, au-dessus de son point de fusion, à une zone plus froide, en dessous de son point de fusion. La cristallisation s'enclenche dans la zone froide et l'interface solide / liquide se déplace vers la partie supérieure du cristal lorsque l'ampoule descend dans le four. La méthode de **Bridgman-Stockbarger horizontale** utilise le même procédé. Ces techniques sont couramment utilisées pour faire croître le CdTe. La croissance peut également se faire sous haute pression d'un gaz inerte. Dans certains cas, on n'utilise pas de germe monocristallin pour initier la cristallisation, ce qui ne permet pas de contrôler l'orientation des cristaux formés. Le lingot final est alors constitué de plusieurs régions présentant des orientations différentes. Enfin, l'utilisation d'une ampoule permet d'éviter l'évaporation de matériaux, qui peut causer une modification de la composition du mélange, mais limite par contre le diamètre du cristal.

La technique appelée **Vertical Gradient Freeze (VGF)** reprend le même principe avec une ampoule et un gradient de température. Dans ce cas, l'ampoule est fixe et c'est le gradient qui se déplace. Le refroidissement du composé fondu permet sa solidification et l'obtention du cristal. Le schéma de principe de la méthode VGF est présenté en *figure II-4*.

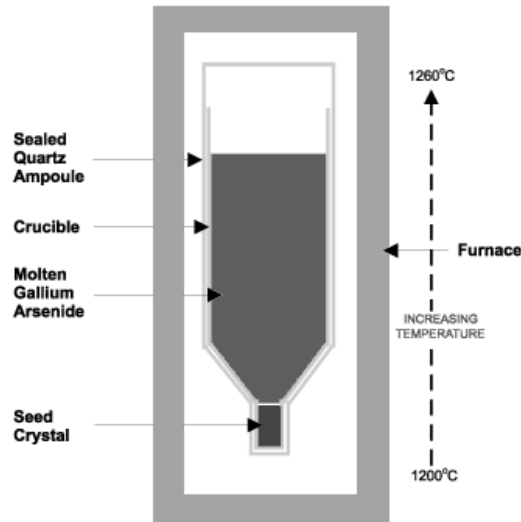


Figure II-4 : Principe du tirage VGF

La méthode de la **zone flottante** est préférée pour fabriquer le silicium cristallin. Elle consiste en la fusion locale d'un germe monocristallin fixé à l'extrémité d'un lingot de matériau polycristallin. Le monocristal est ainsi obtenu en déplaçant la zone fondue (l'élément chauffant restant fixe). Son schéma de principe se trouve en *figure II-5*. Cette technique permet d'éviter la contamination du matériau par l'utilisation d'un creuset.

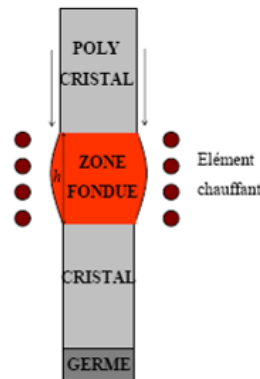


Figure II-5 : Principe de la croissance par zone flottante

Basée sur le même principe, la **fusion de zone** est la méthode la plus utilisée pour la purification. Ce procédé utilise le fait que la solubilité des impuretés est en général plus forte en phase liquide qu'en phase solide et les accumule donc dans la région fondue. La répétition de l'opération permet de nettoyer le matériau. Cependant, cette technique est inefficace pour éliminer certaines impuretés résiduelles. Dans ce cas, une compensation des défauts est obtenue via un dopage convenable du semi-conducteur pendant la croissance.

Toutes les méthodes décrites permettent d'obtenir des matériaux épais. L'épitaixie, quand à elle, donne lieu à la production de matériaux en couche mince (quelques nanomètres à quelques micromètres d'épaisseur). Ce procédé consiste en un dépôt d'une couche monocristalline qui croît sur un substrat. On distingue l'homo-épitaixie (même nature pour le

substrat et le cristal) de l'hétéro-épitaxie (substrat de nature différente du cristal). Plusieurs voies de croissance sont utilisées : épitaxie en phase solide, liquide, vapeur (dont l'épitaxie à jet moléculaire). De manière générale, l'épitaxie permet d'obtenir des matériaux de bonne qualité, notamment en termes d'homogénéité, de défauts cristallins et d'impuretés.

Afin de satisfaire le critère d'absorption des photons incidents par le semi-conducteur en imagerie médicale, nous nous sommes particulièrement intéressés aux matériaux fabriqués sous forme de lingots monocristallins. Mais dans un souci de réaliser un état de l'art assez exhaustif, nous avons aussi regardé les performances obtenues par des détecteurs basés sur un semi-conducteur obtenu par épitaxie.

1.3. Les matériaux semi-conducteurs utilisés pour la détection de rayons X

Les paragraphes suivants ont pour objectif d'établir un état de l'art des semi-conducteurs, alternatifs au CdTe, utilisés comme détecteurs de rayons X. De part les nombreux progrès au niveau de la croissance cristalline, nous présenterons essentiellement les résultats obtenus depuis les dix dernières années, des matériaux les plus matures aux plus récents techniquement.

1.3.1. Le Silicium

Le silicium (Si) possède un petit numéro atomique ($Z=14$). Comme nous avons pu le voir dans la section 1.1., il faut 25 mm de Si pour stopper 90% des photons d'énergie 50 keV. Le Si, généralement produit par la méthode Czochralski ou par zone flottante, se trouve sous forme de wafers d'épaisseur 300-400 μm . Des machines ont été développées pour transformer les wafers avec ces épaisseurs. Le Si n'est donc pas utilisable pour des applications radiographiques supérieures à 20 keV.

Le Department of Microsystem and Nanotechnology du groupe de recherche SINTEF Electronics and Cybernetic (Norvège) [Internet @ 7] propose des détecteurs avec un contact diode PIN en Si jusqu'à 2 mm d'épaisseur. Cette épaisseur étant suffisante pour arrêter 90% des photons d'énergie 20 keV, le Si est donc un candidat potentiel pour la mammographie. Le Si de SINTEF est de très haute pureté et donc hautement résistif (30 000 $\Omega\cdot\text{cm}$). Plusieurs centaines de volts (entre 650 et 800 V) sont nécessaires pour dépléter entièrement le détecteur, ce qui impose l'utilisation de multiples anneaux de garde sur les bords (un anneau intérieur connecté à la masse ou à la tension de polarisation et plusieurs anneaux flottants). La largeur totale des anneaux devant être aussi grande que l'épaisseur du matériau. Nous avons commandé un de leur motif de test afin de vérifier les performances du matériau. Ce détecteur mesure 15,5x15,5x2 mm^3 , avec huit bandes de 1 mm de large au pas de 1,4 mm de part et d'autre du matériau. La *figure II-6* présente des photos de la face avant et de la face arrière de ce motif vendu par SINTEF.

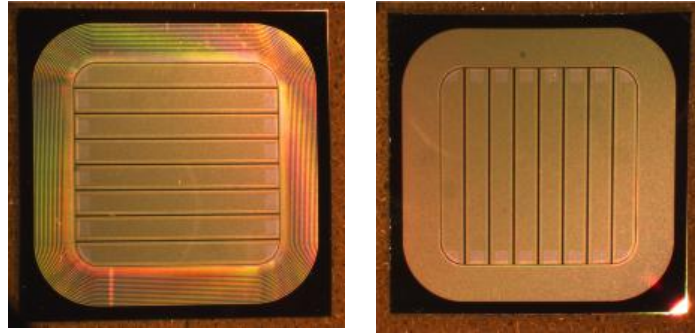


Figure II-6 : Face avant et Face arrière du détecteur de test de SINTEF

Ce détecteur a été testé dans le cadre de cette thèse. Nous avons court-circuité la face arrière et connecté 2 bandes au milieu de la face avant via des fils (bondings) en or pour augmenter la surface de détection. Nous avons mesuré une densité de courant d'obscurité de 3 nA/cm^2 pour une polarisation de 700 V , ce qui prouve la grande résistivité du détecteur. Nous avons également testé le détecteur sous rayons gamma avec une source de ^{57}Co (photons incidents de 14, 122 et 136 keV). Le détecteur compte des photons, mais avec une faible sensibilité.

Par ailleurs, afin de gagner en sensibilité, Wulf [Wulf, 2008] a proposé en 2008 une étude sur un wafer de Si hautement résistif de 2 mm d'épaisseur assemblé avec deux wafers plus fins ($250 \mu\text{m}$ d'épaisseur) qui permettent la polarisation du détecteur et la connexion au circuit électronique de lecture. La figure II-7 présente le schéma de principe de ce détecteur.

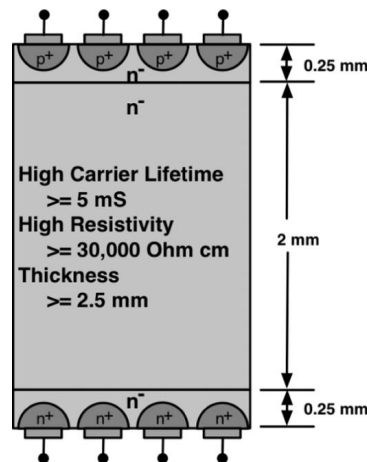


Figure II-7 : Schéma de principe du détecteur en Si [Wulf, 2008]

Un premier test a été réalisé avec deux wafers bondés de $500 \mu\text{m}$ d'épaisseur. La figure II-8 propose le schéma de ce détecteur et un spectre d'une source ^{241}Am obtenu.

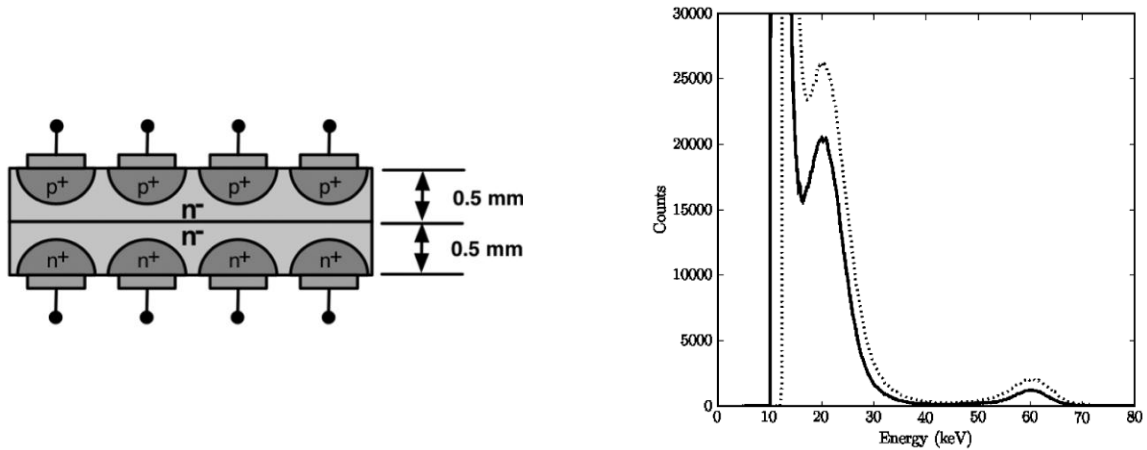


Figure II-8 : Schéma d'un détecteur composé de 2 wafers de Si bondés et spectre de ^{241}Am obtenu [Wulf, 2008]

Wulf mesure une résolution en énergie de 8,5 keV à 59,5 keV (par rapport à 3,4 keV pour un wafer non assemblé). A -600 V , le courant de fuite mesuré est de 230 nA/cm^2 (contre 60 nA/cm^2 pour un wafer non bondé). Le courant de fuite doit donc être réduit pour améliorer les performances de ces détecteurs, ce qui peut être fait en optimisant notamment le bonding (traitement des interfaces, réduction du piégeage des charges,...).

Déjà cité dans le chapitre I, un exemple supplémentaire peut être donné avec le système de mammographie de l'entreprise SECTRA [Internet @ 4], basé sur du Si irradié par la tranche en mode comptage.

Avec une épaisseur de 2 mm de Si et une grande qualité (matériau hautement résistif), des applications en mammographie semblent envisageables. Cependant, avec cette épaisseur et en fonction de la géométrie du détecteur, des problèmes de parallaxe peuvent se poser, ce qui entraînerait une dégradation de la résolution spatiale sur les bords. Enfin, depuis longtemps étudié pour la microélectronique, le silicium bénéficie en plus d'une excellente maîtrise technologique.

1.3.2. L'Arséniure de Gallium

L'arséniure de gallium (GaAs) possède certains avantages pour la détection de radiation. Son numéro atomique moyen entre 31 et 33 et sa grande largeur de bande interdite (1,43 eV) en font un candidat potentiel pour nos applications.

Le GaAs se trouve sous deux formes. D'abord, en couche mince lorsqu'il est produit par épitaxie. En multipliant les couches, cette méthode peut fournir un matériau suffisamment épais pour rentrer dans nos critères. Le principal problème de ce GaAs réside dans la difficulté à obtenir des propriétés de transport des charges suffisantes.

On trouve ensuite le GaAs sous forme de monocristaux, obtenus par croissance LEC et VGF. Ces croissances procurent un matériau semi-isolant (que l'on nommera SI-GaAs dans la suite de ce manuscrit). Le SI-GaAs voit ses performances fortement altérées par des

phénomènes de piégeage trouvant leur origine dans la présence de niveaux profonds. Ces défauts réduisent la durée de vie des porteurs de charges, ce qui affaiblit l'efficacité de collecte du matériau, et modifient la distribution du champ électrique dans l'épaisseur du détecteur. Le plus étudié est le niveau donneur profond appelé EL2, qui se trouve en forte concentration dans le SI-GaAs. Ce niveau de piège, situé au milieu de la bande interdite, est le plus souvent expliqué par un antisite d'As (c'est-à-dire un atome d'As occupant un site du sous-réseau Ga). Une autre théorie, proposée par von Bardeleben [von Bardeleben, 1986] et appuyée par des résultats expérimentaux obtenus par résonance paramagnétique électronique (RPE) et par spectroscopie des niveaux profonds par mesure de la capacité transitoire (DLTS), explique le piège EL2 par l'association d'un antisite d'As et un défaut interstitiel intrinsèque d'As. Des dopages accepteurs (impuretés, défauts) essaient de compenser ce défaut. En 1999, Korytár [Korytár, 1999] montre également que les défauts cristallins (micro-précipités, dislocations) altèrent les performances en détection et électriques du semi-conducteur. Le SI-GaAs possède une résistivité moyenne, de l'ordre de 10^7 - 10^8 Ω .cm, ce qui implique de réaliser de bons contacts afin de pouvoir appliquer une tension suffisante pour avoir une zone sensible assez grande dans le détecteur. De manière générale, les structures des détecteurs à base de GaAs sont soit de type diode Schottky (symétrique ou non) avec des contacts obtenus par dépôts de couches métalliques successives, soit de type jonction p-i-n avec implantation d'ions respectivement donneurs et accepteurs par diffusion dans le matériau.

Les performances en détection (efficacité de collecte et résolution en énergie) dépendent donc fortement de la qualité cristalline du matériau. Les efforts pour améliorer les détecteurs à base de GaAs se sont concentrés sur l'amélioration du procédé de croissance et la maîtrise du dépôt de contact sur le semi-conducteur.

Dans sa publication de 1995, Bertolucci [Bertolucci, 1994] teste des GaAs de plusieurs fournisseurs (AXT, MCP, SUMITOMO, NIPPON M.) avec des épaisseurs différentes (entre 80 et 630 μ m). Sous forme de diodes Schottky non symétriques (contact Schottky Ti/Au sur une face et ohmique (Ni/Ge/Au/Ni/Au) sur l'autre), plusieurs types de mesures ont été effectués. La figure II-9 présente sous forme de tableaux les résultats obtenus.

#	Mat. firm	Cont. firm	Thick (μ m)	Φ (mm)
1	AXT	ALENIA	350	2
2	MCP	Un. Glasgow	80	1
3	MCP	Un. Glasgow	630	2
4	SUMITOMO	ALENIA	200	3
5	SUMITOMO	ALENIA ⁺	200	3
6	NIPPON M.	Un. Lecce	400	1
7	NIPPON M.	Un. Lecce	70	0.2

#	V_{bias}	cce (%)	ER (%)	J (A.cm ⁻²)
1	350	43.7 ± 8.8	20.2 ± 4.1	(1.9 ± 0.2) 10 ⁻⁶
2	80	81.9 ± 6.1	7.5 ± 0.6	(2.2 ± 0.2) 10 ⁻⁶
3	450	36.4 ± 11.5	32.7 ± 10.7	(1.1 ± 0.3) 10 ⁻⁶
4	160	60.5 ± 15.0	24.8 ± 6.1	(2.8 ± 0.3) 10 ⁻⁶
5	160	63.1 ± 14.7	23.4 ± 5.4	(3.0 ± 0.3) 10 ⁻⁶
6	700	39.1 ± 14.9	38.0 ± 10.9	(3.6 ± 0.4) 10 ⁻⁶
7	80	87.6 ± 4.8	5.5 ± 0.3	(7.9 ± 0.8) 10 ⁻⁶

Figure II-9 : Résultats obtenus pour des détecteurs à base de différents GaAs [Bertolucci, 1994]

Bertolucci mesure une résistivité comprise entre 7.10^7 et $2,5.10^8$ Ω .cm (obtenue d'après la densité de courant J). Il montre également que l'efficacité de collecte des charges (CCE) et la résolution en énergie (ER) des détecteurs sont très dépendantes du matériau et de son épaisseur. Par exemple, pour le GaAs fournit par MCP, l'efficacité de collecte des charges passe de 81,9% pour une épaisseur de 80 μ m à 36,4% pour une épaisseur de 630 μ m. Ce qui met en évidence la présence d'une faible zone sensible dans le détecteur ainsi que le piégeage des porteurs de charges.

En 1996 et 1997, Nava [Nava, 1996] [Nava, 1997] conclut qu'avec une structure type jonction (contacts ohmiques obtenus par diffusion d'ions Si⁺), ses détecteurs en SI-GaAs (LEC, épaisseur de 300 μ m) possèdent une résolution suffisante pour des applications en imagerie médicale : 3,35 keV à 59,5 keV (²⁴¹Am).

On trouve ensuite dans la littérature des publications plus récentes sur des détecteurs de radiations à base de SI-GaAs. Novelli [Novelli, 2003] publie une étude en 2003 sur du SI-GaAs dopé au carbone ou au chrome afin de compenser ses défauts intrinsèques. Avec une épaisseur de 200 μ m, il déduit de ses mesures une concentration en carbone optimale (1.10^{15} cm⁻³) pour laquelle l'efficacité de collecte des charges est maximale (90% à 59,54 keV) et un courant d'obscurité le plus faible (2 μ A à 350 V pour une surface d'électrode de 3 mm²).

Le GaAs est aussi étudié dans le cadre de la collaboration MEDIPIX (collaboration internationale gérée par le CERN pour le développement de détecteurs pixelisés à base de semi-conducteur en mode comptage de photons). Zwerger [Zwerger, 2007] a publié en 2007 les résultats obtenus avec un détecteur constitué du circuit électronique MEDIPIX2 et de GaAs fourni par Freiburger (épaisseur de 300 μ m et contacts Schottky symétriques Ti/Pt/Au). Il a obtenu une résolution spatiale de 6,5 lp/mm (paire de lignes par millimètre) pour des pixels au pas de 110 μ m. Il a également mis en évidence l'existence d'une zone « morte » d'une cinquantaine de micromètres dans l'épaisseur du matériau. Le détecteur n'est donc pas complètement déplété mais conserve quand même de bonnes performances spectroscopiques.

En 2010, Semendy [Semendy, 2010] publie une étude sur des détecteurs à base de SI-GaAs pour la détection de rayons X. Le SI-GaAs, obtenu par croissance Bridgman verticale (AXT, épaisseur de 520 μ m), est mis sous forme de diodes Schottky non symétriques (Ti/Au et Ge/Au/Ni/Au), avec des électrodes de 2 mm² de surface. Il mesure une résistivité de $6,9.10^7$ Ω .cm, un courant d'obscurité compris entre 2 et 90 nA selon les

détecteurs et une tension de coupure de 600-800 V. Ce qui démontre selon lui une haute qualité cristalline du GaAs. Il évalue également une mobilité Hall de 6395 cm²/Vs à température ambiante. Semendy irradie ensuite ses détecteurs à un flux de rayons X de 150 keV à 3 mA et prouve pour un de ses détecteurs une sensibilité aux rayons X (le photocourant mesuré passe de 20 nA à 2 µA sous X).

Nous pouvons citer également Amendolia [Amendolia, 2009] qui publie en 2009 la caractérisation d'un système de mammographie en mode comptage (« single photon counting ») constitué de SI-GaAs (épaisseur de 200 µm, structure Schottky pixellisée avec une dimension de pixel de 150 µm et un interpixel de 20 µm) connecté au circuit électronique MEDIPIX1 (par « bump-bonding »). Ils obtiennent des images de dimension 18x24 cm².

Trois laboratoires ont été particulièrement productifs sur le GaAs pour la détection de rayonnement sur les dix dernières années. Deux sur le SI-GaAs et un sur du GaAs épitaxié.

Le laboratoire Institute of Physics de Bratislava (Slovaquie) a spécialement étudié la technologie des contacts sur le SI-GaAs. En 1999, Ivančo [Ivančo, 1999] s'intéresse à l'effet d'un traitement de surface (plasma, attaque acide) sur la qualité de l'interface métal / semi-conducteur. Il démontre ainsi les conséquences de ces traitements sur les caractéristiques courant-tension, l'efficacité de collecte et la résolution en énergie de ces détecteurs : discrimination en énergie, courant d'obscurité de 1.10⁻³ à 1.10⁻⁶ A (à -100 V pour une épaisseur de 200 µm). Ce qui prouve l'importance de la maîtrise du dépôt de contact sur les performances du détecteur. Dans une publication de 2007, Dubecký [Dubecký, 2007] propose l'étude de douze SI-GaAs, différents en termes de fournisseurs, de méthode de croissance et de dopage (épaisseur de 200 µm). Chaque échantillon est passivé avec une couche de 100 nm de nitrure de silicium et des contacts Schottky symétriques Ti/Au sont déposés ensuite par évaporation. Cette étude leur a permis de classer les matériaux en fonction de leurs performances en détection. Ils mesurent la densité surfacique des dislocations (EPD), la résistivité, la mobilité Hall, l'efficacité de collecte des charges et la résolution en énergie (donnée par la demi-largeur du pic à mi-hauteur) pour chaque échantillon. La *figure II-10* résume leurs principaux résultats.

Table 2
Summary of bulk SI GaAs wafers and detector performances evaluated from ^{57}Co pulse height spectra (122 keV γ -radiation)

Sample	Growth	Doping,	EPD	Resistivity	Hall mobility	Detection performances (RT)	
Label	Method	contamination	cm^{-2}	Ωcm (RT)	cm^2/Vs (RT)	CCE, %	HWHM, %
A1	LEC	Non	$<6 \times 10^4$	3.9×10^6	7464	79	18.5
B	LEC	Non, Ti	$<4 \times 10^4$	1.15×10^7	7227	59	24
C	LEC	Non	$<4 \times 10^4$	2.44×10^7	6040	65	14
D1	VGF	Non, Cu, Fe, Ti	$<5 \times 10^3$	8.8×10^7	5400	28	35
D2	VGF	Non, Cu, Fe	$<4 \times 10^3$	4.63×10^7	6203	43	21
E	HP LEC	Non	$<6 \times 10^5$	2.95×10^6	6940	73	22.5
F	LP LEC	Non	$<2 \times 10^5$	1.06×10^7	5816	72	21.6
G	LEC	Non	$<8 \times 10^4$	2.8×10^8	5122	42	no photopeak detected
H	LEC	Cr	$<1 \times 10^5$	1.2×10^8	5770	51	25
K	LEC	Non	$<2 \times 10^5$	9.65×10^6	7517	57	no photopeak detected
L	LEC	Non	$<6 \times 10^4$	2.6×10^7	6915	72	12.5
M	LEC	Non	$<8 \times 10^5$	1.4×10^8	4830	32	no photopeak detected

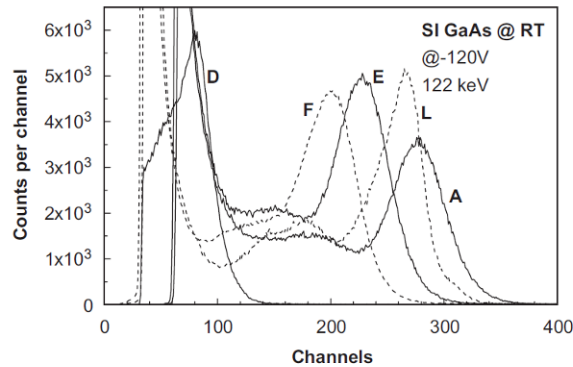


Fig. 2. Pulse height spectra of ^{57}Co (122 keV) source measured with selected SI GaAs detector structures.

Figure II-10 : Résultats et spectres pour des détecteurs à base de SI-GaAs [Dubecký, 2007]

Suivant les performances mesurées, nous pouvons déduire qu'un « bon » SI-GaAs pour la détection de rayonnement doit répondre aux critères suivants :

- grande pureté chimique : impuretés < 450 ppb. S'il y a présence d'impuretés métalliques (Cr, Cu, Ge, Ti,...), ces dernières créent des niveaux de pièges accepteur d'électrons dans la bande interdite. Dubecký constate également que le SI-GaAs surcompensé en Cr n'est pas un bon matériau pour la détection de radiation.
- résistivité de l'ordre de $10^7 \Omega\cdot\text{cm}$.
- mobilité $> 6000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$.
- contacts type diodes Schottky symétriques (avec des couches Pt/Au ou Ti/Pt/Au) ou non symétriques (Au/Zn sur une face et AuGeNi sur l'autre).

Ce laboratoire s'est aussi intéressé aux contacts type jonction sur le SI-GaAs. Dans sa publication de 2006, Dubecký [Dubecký, 2006] présente une comparaison entre une homojonction ($\text{P}^+ \text{GaAs} / \text{N SI-GaAs}$), une hétérojonction ($\text{P}^+ \text{Al}_{0,3}\text{Ga}_{0,7}\text{As} / \text{N SI-GaAs}$) et du SI-GaAs en diode Schottky. Le SI-GaAs est fourni par CMK (croissance VGF, épaisseurs de 150 et 200 μm , résistivité de $7 \cdot 10^7 \Omega\cdot\text{cm}$ et mobilité Hall de $5400 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$). Les jonctions sont déposées par MOVPE (« metal-organic vapour phase epitaxy »). Le contact en face arrière est réalisé par évaporation d'une électrode ohmique Ni/Ge/Au et en

face avant par évaporation d'une électrode Ti/Au avec un recuit. Deux diamètres d'électrodes sont testés : 0,8 et 1,2 mm. Enfin une structure MESA (gravure autour de l'électrode) d'une profondeur de 500 nm est obtenue par attaque d'acides phosphorique et sulfurique. Des caractéristiques courant-tension montrent que le courant d'obscurité sature entre 2 et 20 nA/mm² pour des tensions de polarisation comprises entre 100 et 300 V. La figure II-11 présente des spectres de ²⁴¹Am et de ⁵⁷Co obtenus avec leurs détecteurs.

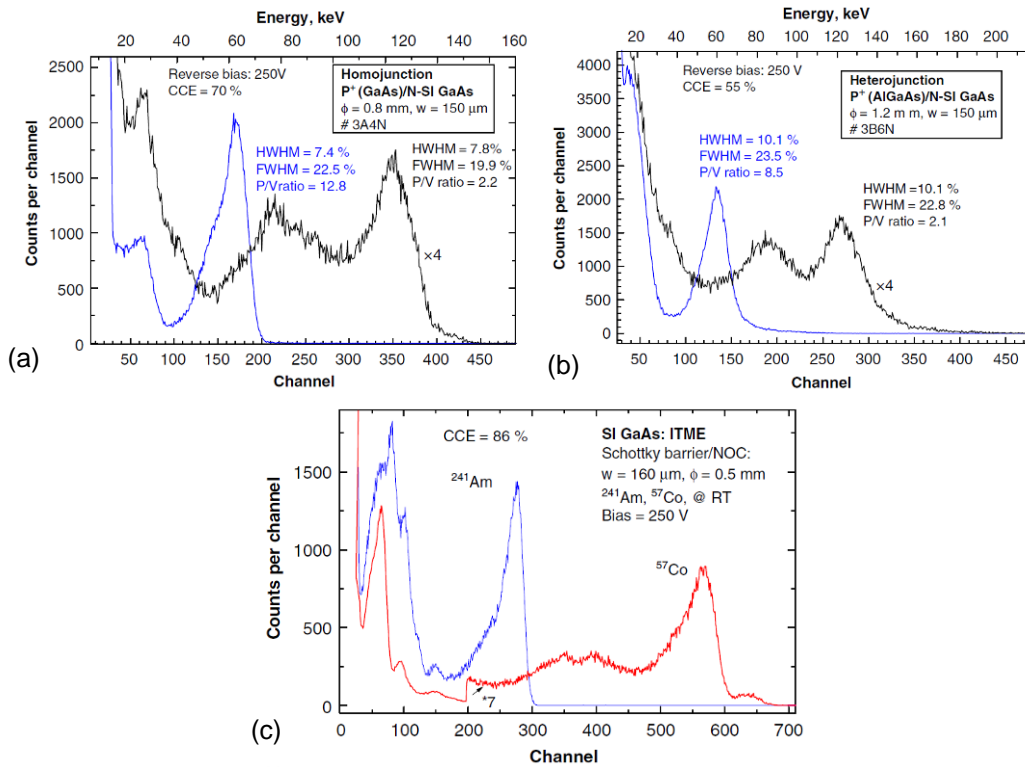


Figure II-11 : Spectres de ²⁴¹Am et de ⁵⁷Co pour des détecteurs (a) à homojonction, (b) à hétérojonction et (c) diode Schottky [Dubecký, 2006]

Pour les détecteurs à jonction, la meilleure performance est obtenue pour l'homojonction avec une épaisseur de 150 µm : efficacité de collecte de 70% et résolution en énergie pour le pic à 59,5 keV de l'²⁴¹Am de 22,5%. Ces résultats sont globalement moins bons que ceux obtenus pour des structures diodes Schottky, mais Dubecký estime que la technologie des jonctions peut-être améliorée (passivation de surface, procédé MESA,...).

Le laboratoire Institute of Physics de Bratislava maîtrise donc particulièrement le dépôt de contact sur le SI-GaAs. Ils proposent des détecteurs avec de faibles courants d'obscurité (entre 2 et 8 µA/cm² pour des tensions de polarisation de l'ordre de 200-250 V) capables de discrimination en énergie sous irradiation gamma. Ils développent actuellement un système de tomographie X basé sur leur technologie [Přibíl, 2009]. Leurs épaisseurs de matériau, comprises entre 150 et 250 µm généralement, sont cependant plus faibles que celles que nous visons pour nos applications.

Le Laboratoire Semiconductor Devices Research Institute de Tomsk (Russie) possède également une activité importante sur le SI-GaAs et le GaAs épitaxié. Ayzenshtat et ses collègues [Ayzenshtat, 2008] travaillent sur la purification du cristal de SI-GaAs, et

notamment sur la diminution de la concentration en piège EL2. Pour eux, il existe deux voies d'étude :

- passer en croissance épitaxie.
- compenser le niveau piège par un autre niveau accepteur : développement d'une technologie de diffusion de Cr à haute température.

Cette technique de compensation par le Cr leur a permis d'obtenir des SI-GaAs (épaisseur jusqu'à 800 μm) avec une résistivité supérieure à $10^9 \Omega\cdot\text{cm}$ et une densité de courant d'obscurité de l'ordre de 10^{-8} A/mm^2 à la tension de travail avec des contacts ohmiques (évaporation de V/Au par exemple) afin de favoriser la distribution du champ électrique. Le spectre suivant (figure II-12) a été simulé et acquis pour une énergie de 60 keV. La figure montre également des images obtenues avec leur détecteur.

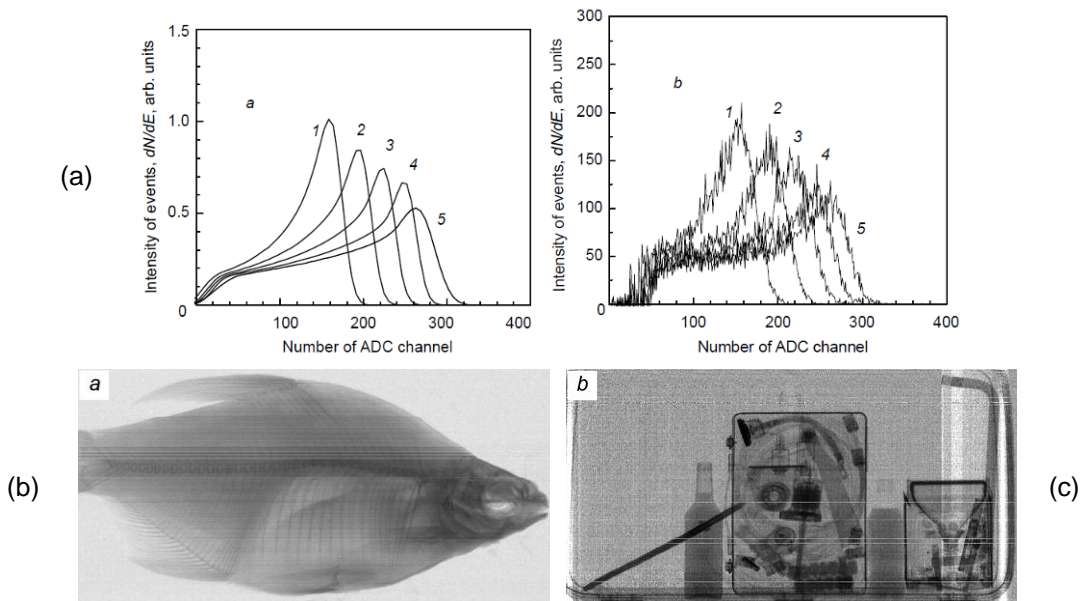


Figure II-12 : Spectres (a) simulé et (b) acquis pour du SI-GaAs surcompensé en Cr avec différentes tension de polarisation (de 300 à 700 V), (c) images obtenues [Ayzenshtat, 2008]

Au cours des dix dernières années, ils ont réalisé des détecteurs pixellisés et à bande (« microstrip »), avec différents pas et dimensions, qui permettent le comptage de photons et même des performances en spectroscopie. Ce matériau est aussi étudié dans le cadre de la collaboration MEDIPIX.

Toujours dans l'idée d'améliorer leur détecteur, ils ont également mis au point une méthode de croissance par épitaxie en phase liquide avec une compensation par le Cr. Cette fois, pour une épaisseur maximale de 550 μm et une structure p-i-n, ils obtiennent une densité de courant d'obscurité de 1.10^{-7} A/cm^2 à -100 V de polarisation. Ils n'ont pas publié de spectres.

Avec une croissance par épitaxie, la société GESEC propose, d'après eux, le GaAs le plus pur au niveau des défauts tel que le piège EL2. La méthode, développée par J.C. Bourgoin [Bourgoin, 2001] consiste à placer deux wafers de GaAs en parallèle et proches l'un de l'autre sous atmosphère d'hydrogène et de vapeur d'eau. En appliquant une petite

différence de température, il y a évaporation et condensation du GaAs de la surface chaude vers la surface froide. Cette technique permet d'obtenir des wafers de 4 pouces de diamètres avec une épaisseur minimale de 200 μm , une composition homogène et une grande qualité cristalline. Cette méthode est une dérivée de la méthode « Close Space Vapour Transport ».

Bréelle [Bréelle, 2003] présente en 2003 une étude sur les performances des détecteurs à base de GaAs épitaxié. La structure choisie est de type $\text{p}^+\text{-i-n}^+$ avec un dopage par implantation d'ions. L'épaisseur de la couche épitaxiée est de 125 μm . Le contact ohmique est obtenu par évaporation d'un alliage métallique. Il mesure un courant de fuite de 5 nA/mm^2 à -50 V . La concentration en impuretés résiduelles est estimée à $4,3 \cdot 10^{14}\text{ cm}^{-3}$, ce qui indique une zone de déplétion de 13 μm à -50 V . Sun [Sun, 2005] a publié en 2005 des résultats, toujours avec des détecteurs $\text{p}^+\text{-i-n}^+$ à base de GaAs épitaxié. Pour une épaisseur comprise entre 250 et 300 μm et des contacts non symétriques (Ti/Pd/Au d'un côté et AuGeNiAu de l'autre), il mesure un courant d'obscurité de 2 nA/mm^2 à -50 V et une efficacité de collecte maximale de 85% à -90 V pour une irradiation avec une source alpha. En 2007, Sun [Sun, 2007] mesure les produits mobilité μ par durée de vie τ de ces détecteurs $\text{p}^+\text{-i-n}^+$. Pour une épaisseur de 125 μm et un dopage de 10^{14} cm^{-3} , le produit $\mu\tau$ des électrons est de $8 \cdot 10^{-5}\text{ cm}^2/\text{V}$ et celui des trous de $8 \cdot 10^{-6}\text{ cm}^2/\text{V}$. Plus récemment, en 2008, Talbi [Talbi, 2008] a publié un produit $\mu\tau$ des électrons à $7 \cdot 10^{-5}\text{ cm}^2/\text{V}$ et celui des trous à $3 \cdot 10^{-6}\text{ cm}^2/\text{V}$, avec un détecteur $\text{p}^+\text{-i-n}^+$ (implantation de Si^+ et de Mg^+) d'épaisseur 125 μm et de dopage 10^{12} cm^{-3} . Le GaAs épitaxié de GESEC propose des propriétés de transport intéressantes pour nos applications et une très bonne qualité de matériau. Cependant, la longueur de déplétion atteinte nous semble beaucoup trop faible (une dizaine de nanomètre pour une épaisseur de 125-150 μm) pour l'épaisseur finale visée.

De vrais efforts ont été réalisés sur le procédé de croissance du SI-GaAs afin d'améliorer la qualité du matériau sur les quinze dernières années, ce qui a permis de faire de ce semi-conducteur un bon candidat pour la détection de rayonnement. Des performances spectroscopiques ont été atteintes pour des épaisseurs de matériaux comprises entre 150 et 200 μm (efficacité de collecte des charges supérieures à 70%). L'importance de la maîtrise du dépôt de contact sur le SI-GaAs a été mise en évidence. Le GaAs épitaxié n'a pas été choisi à cause de sa faible longueur de déplétion.

1.3.3. Le phosphore d'indium

Avec son grand numéro atomique (49,15) qui lui confère un fort pouvoir d'absorption et sa largeur de bande interdite suffisamment grande (1,35 eV), le phosphore d'indium (InP) est un bon candidat pour la détection de rayonnement. On trouve l'InP principalement sous forme de monocristaux obtenus par croissance LEC et VGF. L'obtention d'InP semi-isolant nécessite une compensation (en général par addition de fer) qui provoque un important piégeage des trous et diminue conséquemment l'efficacité de collecte des charges. S'ajoute une difficulté sur la réalisation de bons contacts Schottky sur ce matériau, les détecteurs sont alors le plus souvent ohmiques, avec un courant de fuite fixé par la résistivité intrinsèque du matériau. C'est ce qui fait que les détecteurs à base d'InP sont moins développés que ceux à base de GaAs.

En 1998, Dubecký [Dubecký, 1998] a proposé une étude des performances de détecteurs à base d'InP semi-isolant dopé au fer (concentration en Fe de $6.10^{15} \text{ cm}^{-3}$), à température ambiante. Avec des épaisseurs de 180 et 250 μm et des contacts Schottky symétriques, il observe un comportement plutôt ohmique et mesure une résistivité de $9.10^7 \Omega.\text{cm}$. Les mesures spectroscopiques sous rayonnement alpha révèlent une efficacité de collecte moins bonne que celle obtenue par le même laboratoire pour des détecteurs en SI-GaAs.

Dans la thèse d'El Abbassi [El Abbassi, 2004] soutenue en 2004 à l'université de Surrey, des détecteurs en InP dopé Fe de deux fournisseurs différents (AXT et MASPEC) ont été testés. Les deux échantillons possédaient les caractéristiques suivantes (données fabricant) :

- AXT : épaisseur de 350 μm , concentration en Fe de $1,5.10^{16} \text{ cm}^{-3}$, mobilité des électrons de l'ordre de 2600-2700 cm^2/Vs et une résistivité de $1-2.10^7 \Omega.\text{cm}$.
- MASPEC : épaisseur de 500 μm , concentration en Fe de $4.10^{15} \text{ cm}^{-3}$, mobilité des électrons de l'ordre de 3000-4000 cm^2/Vs et une résistivité de $1.10^7 \Omega.\text{cm}$.

Les contacts sont réalisés par évaporation de Ti/Au (diamètre 3 mm). Les caractéristiques courant-tension et les spectres obtenus sous irradiation gamma d'énergie 60 keV sont présentés en figure II-13 pour l'échantillon de MASPEC.

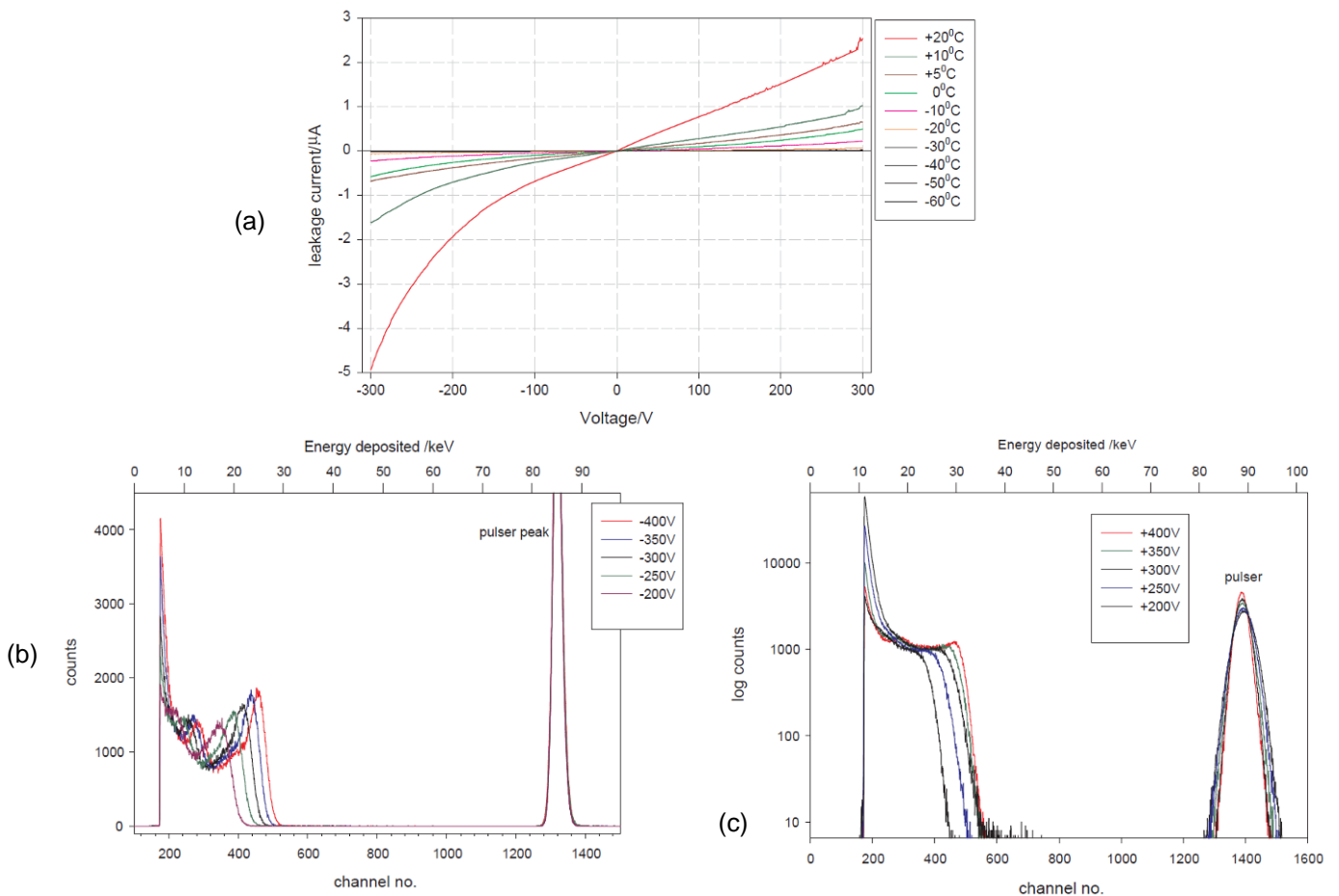


Figure II-13 : (a) I-V à différentes températures, spectres 60 keV à -57°C en polarisation négative (b) et positive (c) pour le détecteur à base d'InP de MASPEC [El Abbassi, 2004]

On constate sur ces différentes courbes un comportement de type ohmique avec un courant de fuite de l'ordre de la dizaine de micro-ampères pour l'InP d'AXT (soit une résistivité de $1,2 \cdot 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ à température ambiante) et de quelques micro-ampères pour celui de MASPEC (soit une résistivité de $3,1 \cdot 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ à température ambiante). Les mesures spectroscopiques montrent un pic photoélectrique résolu (surtout en polarisation négative) à 60 keV pour l'InP de MASPEC et son inexistence pour celui d'AXT à -57°C . Les conclusions de ces travaux de thèse sont que le courant de fuite de ces détecteurs est trop important pour qu'ils puissent être utilisés à température ambiante. Il faut travailler sur le dopage du matériau et sur la réalisation de bons contacts bloquants.

Des travaux plus récents, publiés en 2009, montrent des résultats intéressants pour des détecteurs à base de SI-InP avec des dopages différents Yatskiv [Yatskiv, 2009] propose une étude sur du SI-InP LEC dopé au Ti et Zn, d'épaisseur $250 \mu\text{m}$ et avec un contact ohmique AuGeNi. Il mesure une résistivité de $7,1 \cdot 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ à température ambiante, un produit $\mu\tau$ de $1,3 \cdot 10^{-4} \text{cm}^2/\text{V}$ pour les électrons et de $8 \cdot 10^{-5} \text{cm}^2/\text{V}$ pour les trous à 230 K (mesures spectroscopiques sous irradiation par une source alpha).

Zdansky [Zdansky, 2009] a quant à lui étudié de l'InP LEC dopé au Ta d'1 mm d'épaisseur et avec des contacts non symétriques (AuGeNi sur une face et Au de l'autre). Une résistivité de $6,5 \cdot 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ et une mobilité Hall de $2150 \text{cm}^2/\text{Vs}$ ont été mesurées. Le spectre suivant (figure II-14) a été obtenu avec une source de ^{57}Co pour une polarisation de 200 V à 242 K.

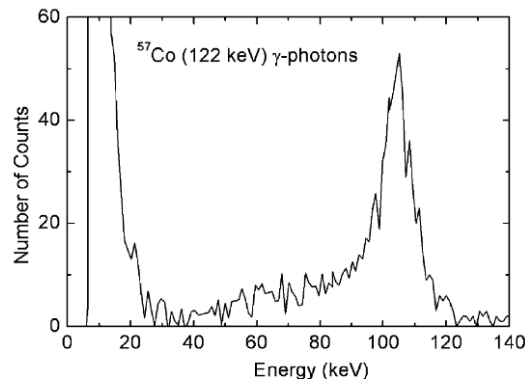


Figure II-14 : Spectre d'une source de ^{57}Co pour un détecteur à base de SI-InP dopé Ta [Zdansky, 2009]

La réponse gamma est encore faible à cause de la faible contribution des trous et il y a beaucoup de bruit, mais les résultats semblent encourageants.

Yatskiv [Yatskiv, 2011] a aussi publié en 2011 une étude sur de l'InP épitaxié par phase liquide. Deux types de structures (jonction p-n avec de l'InP dopé au Pr et diode Schottky avec de l'InP de type p de haute pureté et un contact obtenu par évaporation de Pd). Avec des épaisseurs de 5 à $19 \mu\text{m}$, les caractéristiques courant-tension donnent une densité de courant de fuite de l'ordre de $0,15 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ pour une tension de polarisation de 1 V à température ambiante. L'efficacité de collecte des charges sous irradiation alpha est comprise entre 9 et 40%, ce qui est dû à l'épaisseur des couches d'InP (l'énergie des particules alpha est perdue derrière la zone de déplétion). Pour nos applications, l'épaisseur est beaucoup trop faible.

Peu de résultats sur l'efficacité de l'InP dopé au Fe ont été publiés. Laissé un peu de côté à cause d'une maîtrise technologique moins avancée, l'InP semi-isolant peut redevenir un candidat intéressant pour la détection de rayonnement. Notamment avec un dopage au Ta, les performances de ces détecteurs sont améliorées à température ambiante.

1.3.4. Le bromure de thallium

Le bromure de thallium (TlBr) possède des propriétés qui le rendent très attractif pour la détection de radiation à température ambiante (numéro atomique de 81 pour le thallium, largeur de bande interdite de 2,66 eV et forte résistivité). On trouve le TlBr sous forme de monocristaux, obtenus le plus souvent par méthode Bridgman. Les performances des détecteurs à base de TlBr semblent limitées par la pureté du matériau. Le TlBr est aussi toxique, même s'il n'est pas encore concerné par une norme visant à limiter son utilisation. De plus, c'est un matériau assez ductile, ce qui entraîne la création de défauts structuraux dès qu'on le travaille. C'est ce que montre Owens [Owens, 2003] en 2003. Il mesure un produit $\mu\tau$ de $3 \cdot 10^{-4}$ cm²/V pour les électrons et de $1 \cdot 10^{-5}$ cm²/V pour les trous pour un détecteur à base de TlBr (croissance Bridgman-Stockbarger, épaisseur 800 μ m, électrodes réalisées par évaporation d' Au). Il obtient une résolution en énergie de 5,9 keV à 60 keV mais juge que les propriétés de transport des trous restent faibles et limitent les performances du TlBr.

D'autres laboratoires se sont intéressés à son utilisation pour la détection de radiations et travaillent sur la purification des cristaux. Oliveira [Oliveira, 2004] publie en 2004 une étude sur la purification du TlBr par fusion de zone. Il mesure une résistivité intrinsèque supérieure à 10^{10} Ω .cm. La méthode diminue effectivement la concentration en impuretés mais pas suffisamment pour améliorer les performances du semi-conducteur. Il propose dans une seconde étude [Oliveira, 2004] un traitement de surface des wafers de TlBr. Le progrès dans la qualité des cristaux est obtenu après polissage, traitement chimique et recuit du matériau.

En 2006, Dmitriev [Dmitriev, 2006] étudie du TlBr obtenu par croissance Bridgman verticale et purifié par fusion de zone et distillation. De l'or est évaporé sur le matériau pour former le contact. La résistivité mesurée vaut $9 \cdot 10^{10}$ Ω .cm. La *figure II-15* présente les mesures de produit $\mu\tau$ pour les électrons et les trous, ainsi que des spectres obtenus pour des sources de ²⁴¹Am, ⁵⁷Co et ¹³⁷Cs pour un détecteur de 400 μ m d'épaisseur et de 10 mm² de surface d'électrode.

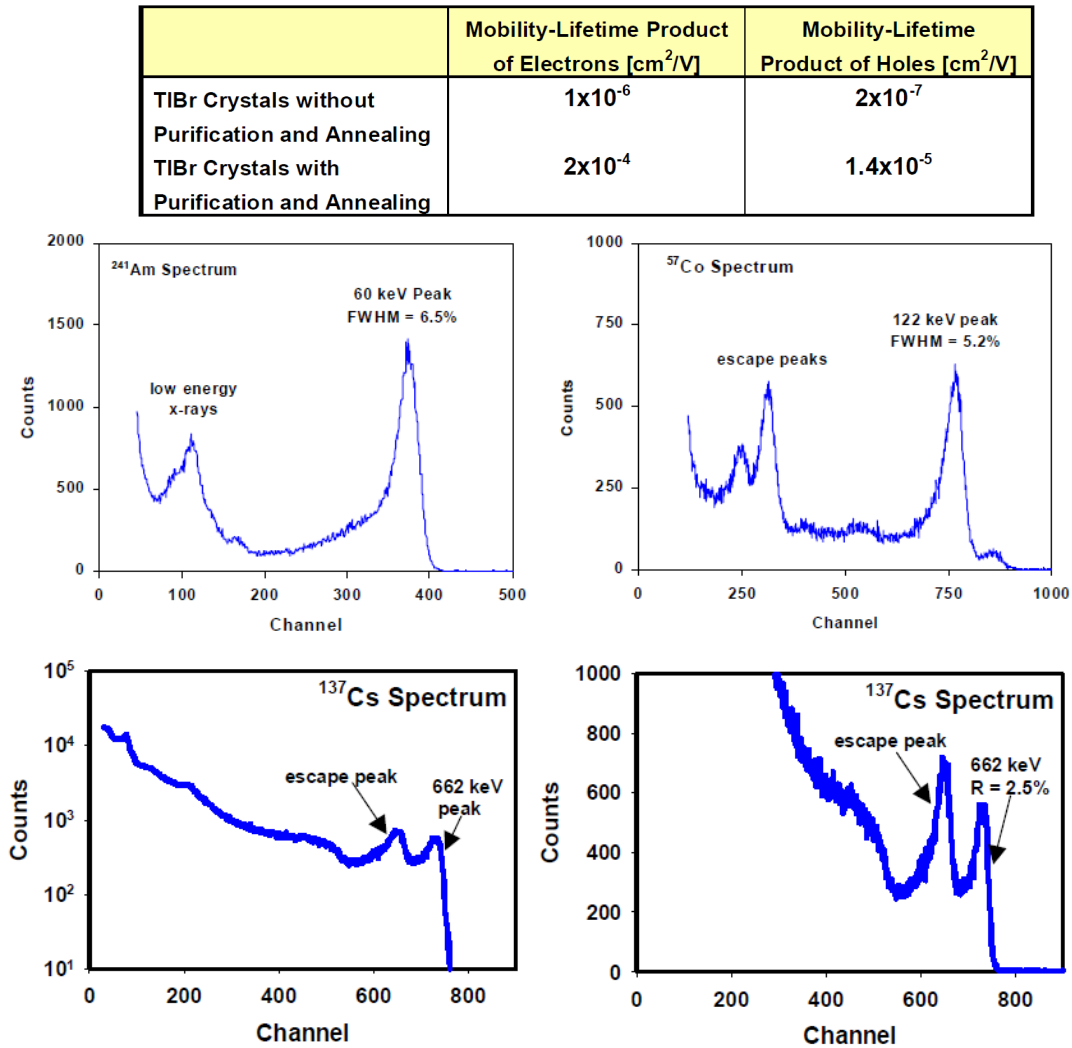


Figure II-15 : Produit $\mu\tau$ pour les électrons et les trous et spectres de ^{241}Am , ^{57}Co et ^{137}Cs pour un détecteur à base de TlBr [Dmitriev, 2006]

La purification améliore bien les propriétés de transport des électrons et trous.

Les détecteurs à base de TlBr présentent aussi un phénomène de polarisation. Observée après plusieurs heures sous tension du semi-conducteur, la polarisation est responsable d'un décalage des pics observés dans les spectres, d'une diminution de la résolution en énergie, de l'efficacité de collecte des charges.

Hitomi a publié plusieurs études sur le phénomène de polarisation. Dans une publication de 2006 [Onodera, 2006], son équipe constate que son détecteur (électrodes en Au) reste stable après 100 heures sous tension à -20°C . La plupart des équipes attribuent la polarisation au piégeage des charges dû à des niveaux profonds d'impuretés, ce qui crée une charge d'espace dans le détecteur. Hitomi [Hitomi, 2008] propose en 2008 une amélioration sur les électrodes pour supprimer la polarisation. Il teste deux électrodes différentes : Au/TlBr/Au et Au/Tl/TlBr/Tl/Au. Après 30 heures à -200 V à température ambiante, le détecteur Au/Tl/TlBr/Tl/Au ne montre pas de phénomène de polarisation mais présente tout de même une baisse de la résolution en énergie.

Kozorezov [Kozorezov, 2010] publie en 2010 la cartographie de son détecteur à base de TlBr (fourni par Bruker-Baltic, électrode en Au de diamètre 4 mm) par un faisceau synchrotron (50 μm de diamètre et 10-100 keV en gamme d'énergie). A l'aide d'une modélisation du phénomène de polarisation, il confirme que la dégradation du signal est due au piégeage des trous.

Dönmez [Dönmez, 2010] montre également en 2010 que son détecteur à base de TlBr (épaisseur de 4,6 mm) ne présente pas de phénomène de polarisation à $-20\text{ }^\circ\text{C}$. Il mesure une résolution en énergie de 1,5% à 662 keV pour une tension de polarisation de -200 V et un produit $\mu\tau$ pour les électrons de $5,7 \cdot 10^{-3}\text{ cm}^2/\text{V}$.

Des laboratoires finlandais, russe et letton [Kozlov, 2006] [Kostamo, 2009] [Shorohov, 2009] [Zaletin, 2009] travaillent avec du TlBr fourni par GIREDMET. Ils ont proposé plusieurs études récentes sur les contacts à déposer et sur les traitements de surface pour améliorer la qualité des cristaux. Pour le moment, le manque de stabilité temporelle n'est pas résolu et ils souffrent aussi d'absence de reproductibilité des cristaux. Le TlBr reste un matériau très étudié (brevet sur une jonction PN à base de TlBr pour la détection de radiation, déposé en 2012 par le MIT [Tuller, 2012]).

Pour conclure, malgré des propriétés d'absorption et des résistivités séduisantes, le TlBr ne semble pas encore assez mûr technologiquement (problème de pureté et polarisation du détecteur) pour être utilisé rapidement en détection de radiation. Cependant, les articles les plus récents montrent une amélioration des performances de ces détecteurs. Se pose également le problème de la toxicité de ce semi-conducteur pour l'utilisation en médical.

1.3.5. Le tri-iodure de bismuth

Avec ses bonnes propriétés d'absorption, grâce à sa grande densité ($5,8\text{ g/cm}^3$) et son grand numéro atomique ($Z = 83$ pour le Bi et 53 pour l'I), et une largeur de bande interdite de 1,68 eV à température ambiante, le tri-iodure de bismuth (BiI_3) est un candidat potentiel au même titre que le TlBr. Lintereur [Lintereur, 2010] publie ses caractérisations de détecteur à base de BiI_3 en 2010. Il teste différentes électrodes obtenues par pulvérisation d' Au ou de Pd et des fils de Pd. Il observe un contact ohmique, non parfait pour tous les détecteurs fabriqués, avec une résistivité de $10^8\text{-}10^9\ \Omega\cdot\text{cm}$. Il mesure une mobilité des électrons à $260\text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ et montre un faible signal trou. Après 90 minutes sous tension, le courant de fuite augmente et le spectre de source alpha devient plus bruyant, ce qui laisse penser à un phénomène de polarisation. Il constate également une faible sensibilité aux rayons X (60 kVp). Le matériau doit être optimisé en termes de pureté et de préparation de surface pour améliorer les performances de ces détecteurs.

Les résultats des détecteurs à base de BiI_3 sont donc à surveiller. La question de la toxicité est également à prendre en compte.

1.3.6. Les chalcogénures semi-conducteurs

Les chalcogénures sont des composés chimiques qui comprennent un élément chalcogène (O, S, Se, Te,...). Ces matériaux sont très utilisés en optoélectronique (verres chalcogénures transparents à l'infrarouge et opaques dans le visible).

Un intérêt des chalcogénures semi-conducteurs quaternaires est de posséder une large gamme de largeur de bande interdite, d'inférieure à 1 eV à supérieure à 3 eV. Singh [Singh, 2009] en 2009 s'est intéressé à la classe des Ag-Ga-Ge-Se, et en particulier à la croissance de l'AgGaGe₃Se₈. Ce semi-conducteur a une largeur de bande interdite de 1,8-1,9 eV. Avec une méthode de croissance Bridgman verticale, il obtient des cristaux de bonne qualité avec une bonne homogénéité chimique. Il mesure une résistivité de $1,2 \cdot 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ à température ambiante pour une épaisseur de 4,8 mm de matériau.

En 2004, Roy [Roy, 2004] étudie le composé AgGaSe₂. Avec une largeur de bande interdite de 1,7 eV et obtenu par croissance Bridgman horizontale, ce matériau a une résistivité de $1,4 \cdot 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$. Le spectre présenté en figure II-16 a été réalisé avec un détecteur de 500 μm d'épaisseur et des électrodes en Au par pulvérisation. Il mesure des produits $\mu\tau$ équivalents pour les électrons et les trous de l'ordre de $6 \cdot 10^{-6} \text{cm}^2 \text{V}^{-1}$.

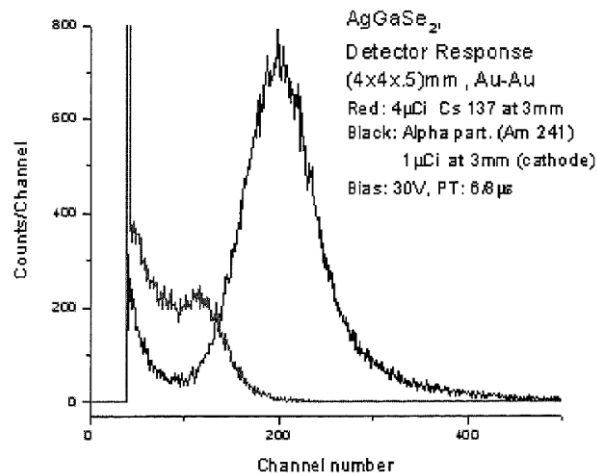


Figure II-16 : Spectre de ²⁴¹Am (réponse gamma et alpha) pour un détecteur AgGaSe₂ à 30 V [Roy, 2004]

Kahler [Kahler, 2010] publie en 2010 une comparaison entre le Tl₃AsSe₃ (TAS) dopé au Pb, le TlGaSe₂ (TGS) et le Tl₄HgI₆ (THI) dopé à l'In et l'Al. Ce dernier étant un composé halogénure. Les détecteurs testés ont une épaisseur de 3 mm (croissance Bridgman verticale) et des électrodes en Au, Ag ou Al/Ge. Les résistivités mesurées varient entre $2 \cdot 10^6$ et $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$. Le TAS présente le plus grand courant de fuite. Des tests sous rayonnement X montrent que le TGS n'est pas sensible tandis que le TGS et le THI sont faiblement, voire très faiblement, sensibles. Ces mesures permettent de remonter à un produit $\mu\tau$ de $8 \cdot 10^{-4} \text{cm}^2/\text{V}$ pour le THI. Le TAS et le THI ont aussi été testés avec une source gamma de ¹³⁷Cs. Le TAS ne présente pas de résolution spectroscopique. Ce matériau doit être testé avec une structure p-i-n afin de diminuer le courant d'obscurité. Le THI montre un pic résolu, avec une

résolution en énergie de 15% (ajustement gaussien), mais pour une durée de collecte entre 12 et 24 heures. Une augmentation des performances peut-être attendue en améliorant la purification du matériau.

Conway et Mandal ont quant à eux étudié des composés plus simples. En 2007, ils publient une première étude [Conway, 2007] sur du GaTe dopé Ge, fourni par le laboratoire EIC. Ils réalisent des caractéristiques courant-tension et de la spectroscopie alpha à 20 V/cm pour un détecteur Al-GaTe (diamètre des électrodes de 50 μm), présentés en figure II-17.

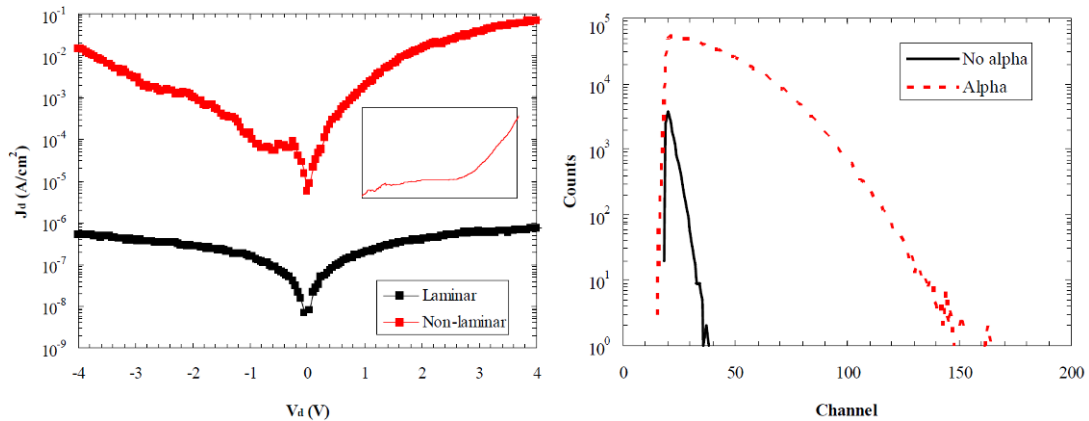


Figure II-17 : Courant-tension et spectroscopie alpha pour un détecteur à base de GaTe [Conway, 2007]

Les résultats sont jugés prometteurs pour l'utilisation en détection de radiation.

En 2008, Mandal [Mandal, 2008] a publié une comparaison entre le GaSe dopé In (largeur de bande interdite de 2 eV) et le GaTe dopé Ge (largeur de bande interdite de 1,7 eV) obtenus par croissance Bridgman verticale. Le dopage a pour but d'améliorer les propriétés de transport des porteurs de charge et la tenue mécanique des cristaux. Avec des contacts bloquants en Au pour GaSe et ohmiques en In pour le GaTe, il mesure des résistivités de $6.10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ et supérieures à $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ respectivement. Le GaTe paraît mieux adapté. Nelson [Nelson, 2009] a également publié une étude en 2009 sur l'effet d'un traitement chimique au $\text{H}_3\text{PO}_4 : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O}$ sur le GaTe. Le traitement permet une diminution du courant d'obscurité (figure II-18) pour un contact symétrique Au.

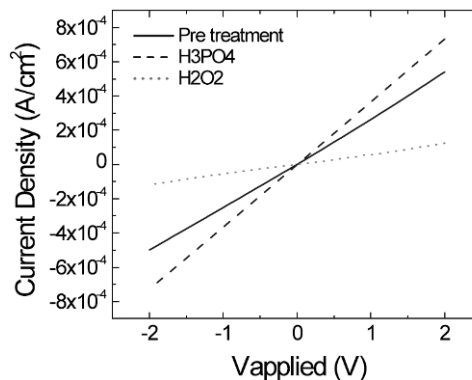


Figure II-18: Diminution du courant d'obscurité après traitement surface du GaTe [Nelson, 2009]

Nelson [Nelson, 2010] propose en 2010 un traitement par $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ sur la surface du GaSeTe, afin d'optimiser l'interface métal/GaSeTe. Le GaSeTe, obtenu par croissance Bridgman verticale et purification par fusion de zone, a une largeur de bande interdite de 1,77 eV à température ambiante et une résistivité intrinsèque de $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$. Les mesures des diodes Schottky Al-GaSeTe montrent une augmentation du courant de fuite (de $3 \cdot 10^{-4}$ à $3 \cdot 10^{-2} \text{ A/cm}^2$) après traitement, ce qui est contraire à l'effet recherché.

Les chalcogénures semi-conducteurs font partie des matériaux étudiés relativement récemment pour des applications en détection X et gamma. Un brevet, déposé en 2011 par l'Université de Northwestern (Illinois) [Kanatzidis, 2012], sur les matériaux $\text{Cs}_2\text{Hg}_2\text{Se}_4$, HgGaSe_4 et $\text{Tl}_2\text{Au}_4\text{S}_3$ pour la détection de rayons X et γ montrent l'intérêt actuel porté sur ce type de matériaux par les équipes de recherche.

Encore peu maîtrisés en termes de croissance et de dépôt de contact, il est intéressant de surveiller leurs évolutions.

1.3.7. Les semi-conducteurs organiques ou polymères

Les semi-conducteurs organiques se sont énormément développés avec l'électronique organique (circuits souples), les OLEDs, le photovoltaïque. Bas coût et avec une production relativement facile, ils possèdent cependant des propriétés de transport des porteurs de charge faibles. Plusieurs laboratoires travaillent sur l'amélioration de ces propriétés. On trouve ainsi des organométalliques avec des métaux (Pt, Pd, Al, Cu, ...) insérés dans ou en périphérie de la chaîne de polymère.

Le Department of Physics de l'université de Surrey [Intaniwet, 2009] [Mills, 2009] a publié des études sur des diodes réalisées avec des couches épaisses (supérieures à $5 \mu\text{m}$) de polymères semi-conducteurs : PTAA ($E_g = 3 \text{ eV}$) avec des contacts en Al par exemple. Ils les utilisent pour la détection de rayons X (intégration, mesure du photocourant). Avec du poly[9,9-dioctylfluorenyl-2,7-diyl]-co-bithiophene ($E_g = 2,48 \text{ eV}$), ils ont obtenu une sensibilité de 54 et 158 nC/mGy/cm^3 pour la détection de rayons X à 17 keV. Les diodes sont polarisées à -200 V , et le courant d'obscurité mesuré ne dépasse pas $0,8 \text{ nA/cm}^2$ (dimension : $0,5 \times 0,5 \text{ cm}^2$).

Intaniwet [Intaniwet, 2010] publie en 2010 une étude sur du PTAA déposé sur un substrat en oxyde d'iodure d'étain (ITO). Il teste différentes électrodes en Al, Au, Ni et Pd. La mobilité des électrons est mesurée à $1 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2/\text{Vs}$. L'électrode en Al donne la meilleure jonction (courant d'obscurité inférieur à $0,4 \text{ nA/cm}^2$ à -100 V) et le détecteur est sensible aux rayons X (50 keV) avec un photocourant stable de plusieurs nanoampères. Les électrodes en Au et en Ni présentent un comportement semi-ohmique avec un courant d'obscurité de 14 nA/cm^2 à -100 V . Enfin celle en Pd est ohmique avec 600 nA/cm^2 à -100 V .

Avec des couches très fines (films de quelques micromètres d'épaisseur), les polymères semi-conducteurs sont donc étudiés pour la détection de radiation. On est cependant loin des propriétés de transport et d'absorption attendues pour nos applications.

1.3.8. Synthèse

De nombreux semi-conducteurs sont étudiés pour la détection de rayonnement, en plus du CdTe / CdZnTe. Il semble assez évident de les classer en trois catégories. D'abord, on trouve des matériaux classiques, dont la maîtrise technologique est suffisamment avancée pour pouvoir envisager des tests rapides. Le Si, le GaAs et l'InP font partie de cette catégorie. Ensuite, les semi-conducteurs dits « exotiques » qui ne sont pas assez matures (polymères, chalcogénures). Enfin, le TlBr est un matériau intermédiaire, qui manque de stabilité. Le *tableau II-4* résume les avantages et désavantages des matériaux cités.

Tableau II- 4 : Points forts et points faibles de certains semi-conducteurs pour la détection de radiation

Matériaux	Points forts	Points faibles	Etat de l'art
Si	– Maîtrise technologique et coût	– Absorption	SINTEF (Norvège)
GaAs (semi- isolant)	– Croissance maîtrisée et coût – Numéro atomique – Performances spectroscopiques obtenues pour des épaisseurs de 150-200 μm	– Qualité cristalline (piège EL2) – Résistivité moyenne – Bons contacts difficiles à obtenir	Institute of Physics, Bratislava (Slovaquie) Semiconductor Devices Research Institute, Tomsk (Russie)
InP	– Numéro atomique	– Qualité cristalline – Nécessite un dopage – Résistivité moyenne – Contacts	
TlBr	– Densité	– Qualité et croissance : nécessite purification – stabilité temporelle – Toxicité ?	Department of Electronics and Intelligent Systems, Sendai (Japon) Departement of Micro and Nanosciences, Helsinki (Finlande) GIREDMET, Moscou (Russie)
GaTe	– Résistivité – Densité	– Dopage – Maturité	Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore (Etats-Unis) EIC Laboratory, Norwood (Etats-Unis)
Polymères	– Fabrication et coût	– Propriétés de transport – Densité	

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous désirons réaliser un ou plusieurs prototypes complets. Nous avons donc avantagé des semi-conducteurs classiques. Le choix d'un matériau obtenu par croissance de lingots monocristallins s'est ensuite imposé à cause des épaisseurs nécessaires pour l'arrêt des photons incidents, déterminantes dans les applications médicales.

Le Si peut être intéressant pour l'application mammographie, avec une épaisseur de 2 mm. Un essai rapide du matériau fourni par SINTEF ne nous a pas convaincus.

Notre choix s'est donc restreint au GaAs et à l'InP. La multitude des publications sur les détecteurs à base de GaAs nous laisse penser que ce matériau est plus mûr pour des résultats rapides. Même si la difficulté de réaliser de bons contacts sur ce semi-conducteur a été montrée.

Nous avons donc choisi d'étudier le SI-GaAs pour nos nouveaux détecteurs de rayonnement X.

2. Etat de l'art des architectures de détecteurs pour la détection de radiations

Dans la plupart des références citées dans la section I de ce chapitre, les détecteurs étudiés possèdent une géométrie planaire. Les électrodes sont déposées en surface, de part et d'autre du volume du matériau. Le plus souvent, l'électrode où est appliquée la tension de polarisation recouvre toute une face du semi-conducteur tandis que celle où le signal est mesuré est structurée par des pixels, avec différentes dimensions de pixel et de pas entre les pixels en fonction des performances visées. La *figure II-19* propose un schéma de principe de la géométrie planaire.

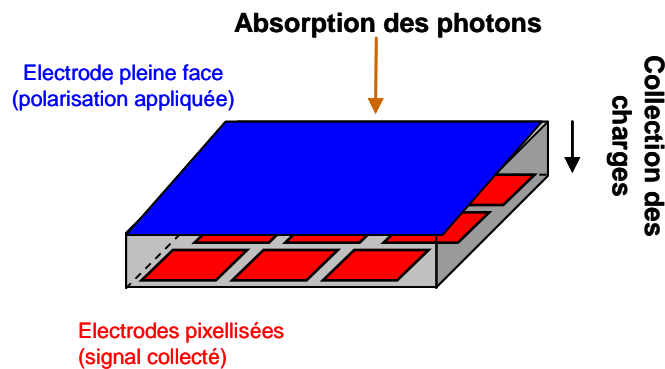


Figure II- 19 : Schéma de principe d'un détecteur en structure planaire

La structure planaire présente certaines limites. Comme indiqué sur la *figure II-19*, l'absorption des photons incidents et la collection des charges s'exécutent suivant l'épaisseur du matériau. L'efficacité d'absorption des photons croît avec cette dernière, tandis que l'efficacité de collecte des charges diminue quand l'épaisseur augmente. Un compromis en résulte. Pour l'imagerie médicale, l'épaisseur de matériau est fixée par l'application, c'est-à-

dire l'énergie des photons X. Selon les semi-conducteurs choisis, elle peut-être soit trop importante pour être obtenue par croissance (comme le Si) ou soit trop grande devant les propriétés de transport des charges du matériau, ce qui a pour conséquence le piégeage des porteurs avant qu'ils atteignent les électrodes. La structure planaire est aussi limitée par la résistivité intrinsèque du semi-conducteur qui impose une restriction sur la tension à appliquer et par conséquent sur le libre parcours moyen des charges.

En choisissant le SI-GaAs, nous avons vu dans la section 1.3 que des performances spectroscopiques en géométrie planaire ont été atteintes pour des épaisseurs de l'ordre de 150-250 μm . Pour notre étude, nous nous intéressons à des épaisseurs plus élevées (500 μm par exemple). Nous devons donc choisir une autre géométrie de détection que la structure planaire afin de déplacer le compromis à faire entre les efficacités d'absorption et de collection et d'améliorer les performances. Les paragraphes suivants mettent en avant quelques architectures de détecteurs. Nous avons choisi de présenter 3 structures récentes et innovantes, à savoir la géométrie 3D, les nanofils et les bolomètres. Nous ne parlerons pas de scintillateurs dans cette section.

2.1. La géométrie 3D et semi-3D pour le silicium

En 1997, Parker [Parker, 1997] propose une nouvelle structure de détection avec, cette fois, des électrodes placées dans le volume du détecteur. Cette géométrie est appelée 3D (électrodes traversant toute l'épaisseur du matériau) ou semi-3D (électrodes non traversantes). Ces détecteurs sont constitués de Si et ont pour application la détection de particules chargées. La *figure II-20* présente le schéma de principe de cette structure.

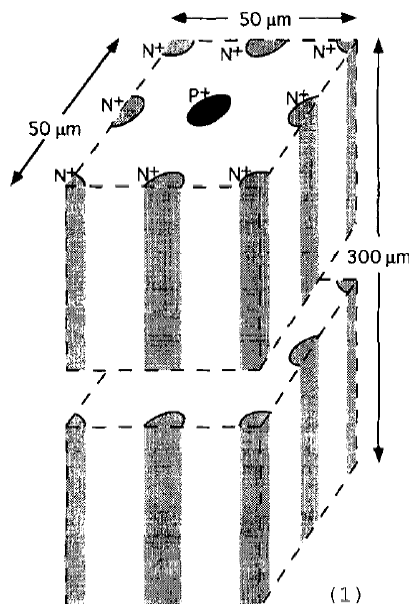


Figure II-20 : Schéma de principe de la géométrie 3D [Parker, 1997]

La géométrie 3D est donc constituée d'un réseau d'électrodes cylindriques qui seront alternativement des cathodes et des anodes, en fonction de leur polarisation ou des contacts

déposés. La géométrie 3D présente certains avantages par rapport à la structure planaire. Avec un pas entre les électrodes relativement petit devant l'épaisseur du matériau (quelques dizaines de micromètres), la distance de collecte des charges est par conséquent plus courte que dans un détecteur planaire. Pour la même raison, le détecteur 3D nécessite une plus faible tension afin d'être totalement déplété, ce qui, théoriquement, réduit le bruit du détecteur. Parker conseille une gravure chimique pour réaliser les trous et un dopage n^+ et p^+ des électrodes par diffusion d'ions. Des détecteurs pixellisés et connectés par « bump-bonding » (procédé de connexion typique en micro-électronique) peuvent être obtenus. Pour ses essais, il a réalisé des trous de diamètre de 15 μm et profonds de 200 μm dans du Si.

Plusieurs grandes équipes travaillent sur les détecteurs structurés (3D et semi 3D). Parmi elles, on trouve l'université de Glasgow, l'IMB de Barcelone, le CERN, etc. qui étudient ces détecteurs pour le Large Hadron Collider et dans le cadre de la collaboration MEDIPIX.

Dans sa publication de 2009, Pennicard [Pennicard, 2009] précise que la fabrication de détecteurs 3D est délicate et que, pour le moment, les résultats expérimentaux n'atteignent pas les performances attendues. Une alternative choisie par ces équipes est de tester la structure semi-3D, dont on peut voir le schéma de principe en figure II-21. La géométrie semi-3D semble plus facile à mettre en œuvre.

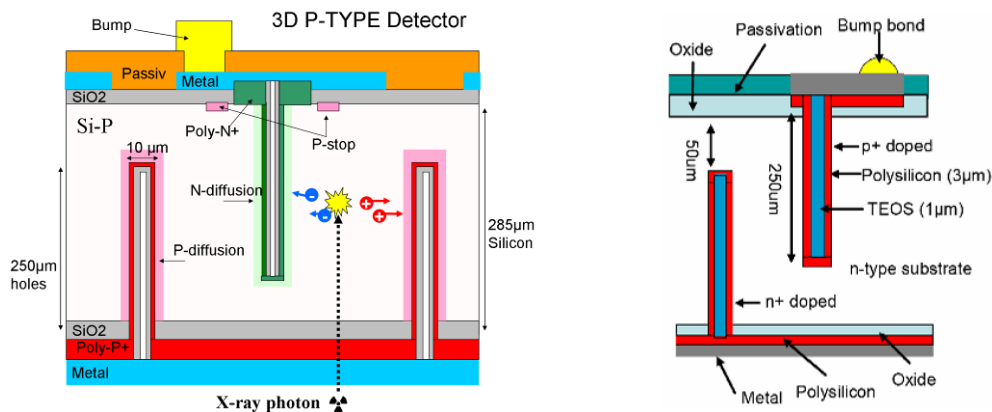


Figure II-21 : Schéma de principe de la géométrie semi-3D [Pennicard, 2009]

Dans cette configuration, les électrodes ne traversent pas toute l'épaisseur du matériau (250 μm de profondeur pour une épaisseur de semi-conducteur de 300 μm). Les trous sont réalisés par gravure plasma et ont un diamètre de l'ordre de 10 μm . Un dépôt de polysilicium suivi d'un dopage par diffusion permet la réalisation des contacts. L'intérieur des électrodes est passivé par une couche de SiO_2 avant de les connecter au circuit de lecture. Le matériau choisi est du Si de type n ou p. Les simulations réalisées (figure II-22) montrent un comportement similaire entre les géométries 3D et semi-3D pour l'efficacité de collecte des charges. Le champ électrique est distribué de la même façon pour les deux structures, sauf pour la zone entre l'extrémité des électrodes et le bord du détecteur où il sera plus faible pour la semi-3D. Les charges déposées à cet endroit seront alors collectées moins rapidement.

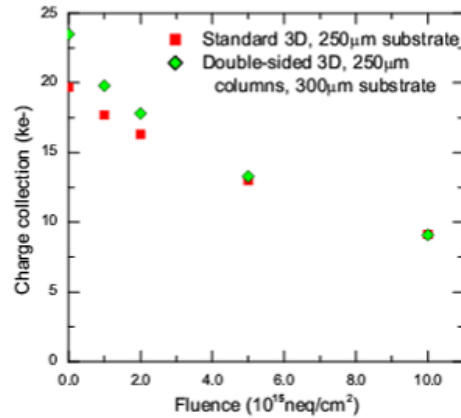


Figure II-22 : Simulations de l'efficacité de collecte des charges pour des détecteurs 3D et semi-3D polarisés à 100 V [Pennicard, 2009]

En 2010, Pennicard [Pennicard, 2010] publie ses tests d'un détecteur semi-3D connecté au circuit de lecture MEDIPIX2 avec un faisceau synchrotron. Le détecteur reprend le schéma montré en *figure II-21*. Il est constitué de Si de type n (épaisseur 285 μm). Les électrodes ont un diamètre de 10 μm et une profondeur de 250 μm. 3 μm de polysilicium est déposé puis le dopage par diffusion de Bore (p) ou de Phosphore (n) est réalisé. Le détecteur est polarisé à 21,5 V. Le courant d'obscurité mesuré est de 59 μA (contre 24 μA pour un détecteur planaire avec le même matériau et le même type d'électrode). Les spectres obtenus pour des détecteurs semi-3D et planaire sous une irradiation de 15 keV sont montrés en *figure II-23*.

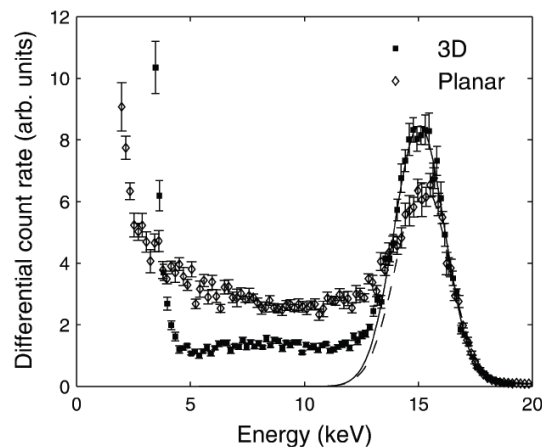


Figure II-23 : Spectres obtenus pour des détecteurs semi-3D et planaire pour une irradiation X d'énergie 15 keV [Pennicard, 2010]

Le spectre du détecteur semi-3D est plus résolu. Pennicard mesure également une diminution du partage de charges (24% pour le semi-3D contre 45% pour le planaire).

Christophersen [Christophersen, 2010] s'est intéressé à l'usinage des électrodes par laser pour des détecteurs 3D en Si. En 2010, il publie ses premiers résultats. Il a choisi un laser Nd-YAG (335 nm, 10 mJ, 10 kHz) qu'il utilise en mode percussion ou trépanation sous atmosphère d'argon. Cet usinage lui permet d'obtenir de plus grands rapports d'aspect

(100 : 1) qu'un usinage par plasma. Le laser laisse des zones endommagées sur les surfaces des trous qui sont supprimées par gravure plasma XeF₂. Il réalise un détecteur avec du silicium de 500 µm d'épaisseur. Le schéma de principe et un spectre de ⁵⁷Co sont montrés en figure II-24.

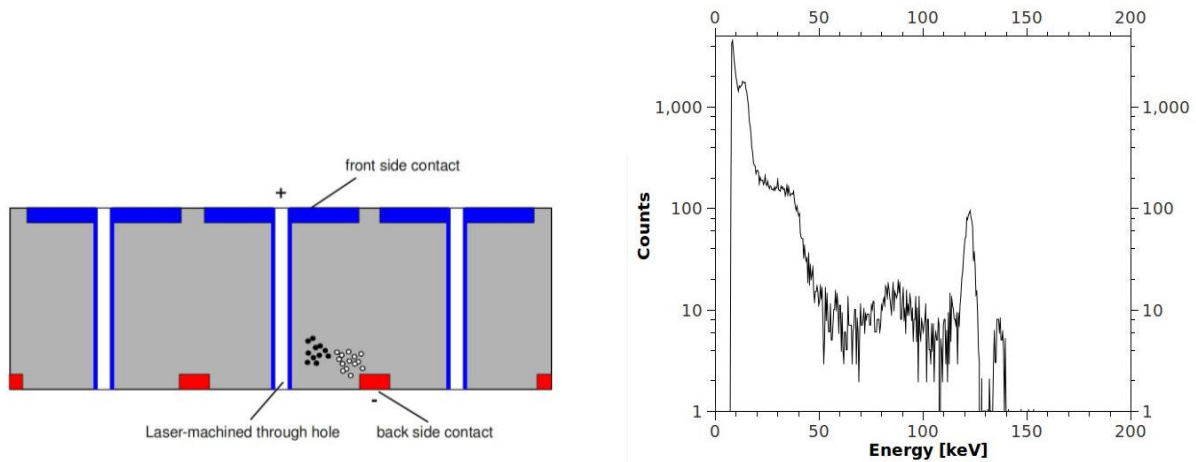


Figure II-24 : Schéma de principe du détecteur 3D en Si de Christophersen et spectre de ⁵⁷Co [Christophersen, 2010]

Le contact en face arrière est obtenu par diffusion de phosphore (type n). Les trous, usinés par percussion ont un diamètre de 20 µm et un pas de 100 µm. La gravure plasma enlève environ 5 µm de matière. Une diffusion de bore (type p) est pratiquée ensuite dans les trous. Il s'agit d'une géométrie différente de celle proposée par Parker. Le courant d'obscurité est mesuré à $1,5 \cdot 10^{-8}$ A à 5 V et la résolution en énergie est de 3 keV à 122 keV. Christophersen envisage d'utiliser d'autres matériaux (CdTe, InP).

Les géométries 3D et semi-3D avec du Si sont donc très étudiées pour la détection de rayonnement de basse énergie. Ces structures permettent de diminuer la distance à dépléter et le temps de collecte des charges sans réduire l'épaisseur sensible du détecteur. De plus la courte distance entre les électrodes et la forme du champ électrique permettent de réduire la diffusion des charges entre les pixels voisins, ce qui diminue le partage des charges.

La géométrie 3D permet de déplacer le compromis entre l'efficacité d'absorption des photons et l'efficacité de collecte des charges que l'on a vu pour la géométrie planaire. En effet, l'absorption et la collecte ne se font plus selon la même direction mais selon des plans perpendiculaires. Dans sa publication de 1997, Parker propose d'autres matériaux semi-conducteurs utilisables en structure 3D, tel que le GaAs.

2.2. La géométrie 3D pour d'autres matériaux

En 2002, Pellegrini [Pellegrini, 2002] publie son manuscrit de thèse, qu'il a effectuée à l'Université de Glasgow, sur des détecteurs 3D en Si, GaAs et SiC pour le LHC et l'imagerie médicale. Il a choisi des électrodes disposées selon une géométrie hexagonale. Le GaAs choisi est fourni par WaferTechnology. Chaque wafer est poli et une couche de silice d'environ 400 nm est déposée sur les deux faces pour protéger, isoler et servir de masque pour la gravure des trous.

Pellegrini compare différentes techniques de gravure des électrodes.

- la gravure par plasma RIE (Reactive Ion Etching). Le système utilisé est un modèle qui permet l'alternance entre des phases de gravure et des phases de passivation (procédé Bosch). Pour le Si, des trous de diamètre 10 μm sur une profondeur de 130 μm parfaitement circulaires mais avec des dommages sur les parois ont été obtenus. Pour le GaAs, le procédé reste à optimiser. Avec la gravure par plasma, il existe une possibilité d'introduire des défauts dans la structure cristalline, ce qui créerait des pièges pour les porteurs de charges. Ce procédé possède l'avantage d'être connu et maîtrisé, en particulier pour le Si. Par contre il est limité en rapport d'aspect (20 :1).
- la gravure par laser. Un laser femtoseconde Ti : Saphir émettant à 810 et 405 nm a été utilisé. Les trous réalisés sont très coniques sur le début de l'épaisseur du matériau puis deviennent droit. La solution proposée pour supprimer la conicité est de déposer une couche sacrificielle de matériau afin de ne garder que la partie droite des trous. L'effilage est ainsi moins important (diamètre de 10 μm en entrée et 8,6 μm en sortie pour une épaisseur de 300 μm de GaAs). L'intérêt de l'utilisation du laser est son indépendance théorique par rapport au matériau et la possibilité d'atteindre de grands rapports d'aspect (supérieurs à 25 : 1). Cependant, c'est un procédé lent, dont la répétabilité n'est pas prouvée. Le laser cause aussi des dommages sur les parois des trous, ce qui pourrait être responsable du piégeage des porteurs de charges.
- la gravure par électrochimie. Cette technique nécessite la formation de pré-trous (bain d'hydroxyde de potassium KOH chaud (60 °C) puis l'utilisation d'une solution d'acide fluorhydrique HF pour le Si. Les trous obtenus ne sont pas circulaires, la gravure dépend de l'orientation cristalline du substrat. Ce qui peut déformer localement le champ électrique et modifier alors la collecte des charges. La surface présente également des ondulations dues à l'utilisation de HF, mais ceci peut être résolu en polissant la surface. Le rapport d'aspect attendu permet d'atteindre des valeurs de 100 : 1 et cet usinage n'abîme pas les parois des trous.

Pour le dépôt des électrodes sur le GaAs, Pellegrini propose des contacts type diode Schottky réalisés par évaporation de couches successives de métaux : Ti (33 nm) / Pa (30 nm) / Au (150 nm). Les trous sont ensuite remplis d'or par galvanisation puis connectés au circuit de lecture par bump-bonding (avec des billes d'indium). Des photos du détecteur 3D en GaAs (usinage laser, diamètre des trous de 10 μm et pas de 85 μm) sont présentées en *figure II-25*. On distingue les pistes en aluminium qui permettent la connexion au circuit de lecture.

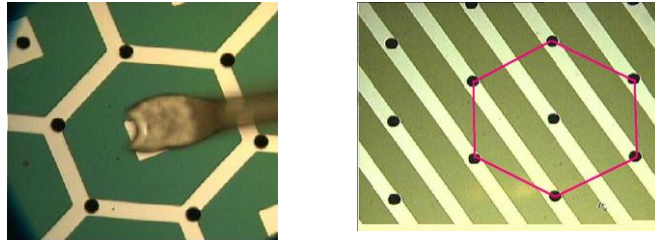


Figure II-25 : Détecteur 3D en GaAs de Pellegrini. A gauche, une cellule hexagonale connectée par wire-bonding. A droite, des lignes de trous pour réaliser plusieurs cellules. [Pellegrini, 2002]

Les spectres suivants (figures II-26) ont été obtenus avec un pixel hexagonal du détecteur connecté par un « wire-bonding » au circuit de lecture.

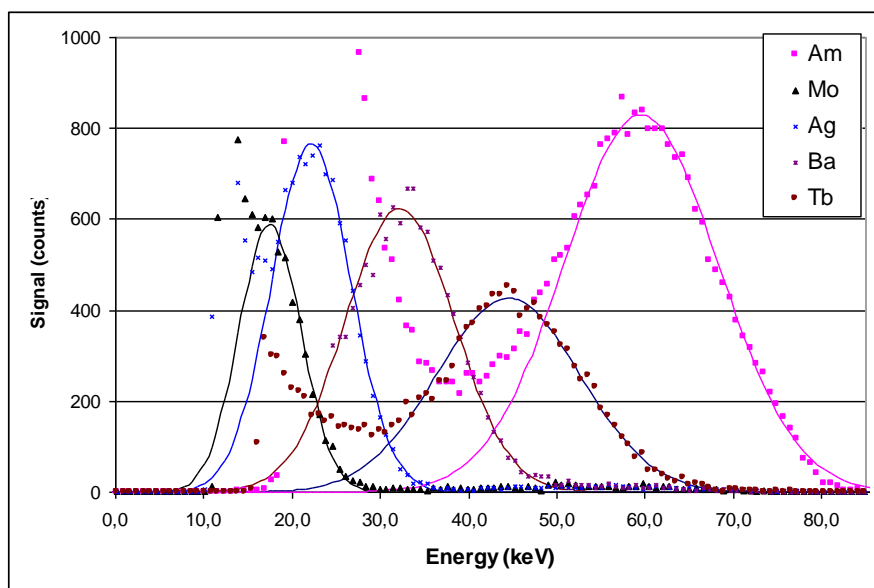


Figure II- 26 : Spectres obtenus avec un détecteur en GaAs 3D [Pellegrini, 2003]

Ces résultats montrent que le GaAs en structure 3D, via l'usinage laser, permet de compter des photons et d'être discriminant en énergie. Le courant de fuite mesuré vaut 30 nA à -35 V et une efficacité de collecte des charges maximale de 50% est obtenue. Cette valeur est certainement due aux défauts engendrés par l'usinage laser sur les flancs des trous. Des voies d'amélioration sont donc envisageables. Il n'y a eu aucun nouveau résultat publié depuis.

Des travaux post-doctoraux au sein du laboratoire LDET du CEA-LETI ont précédés cette thèse [Ruot, 2009]. Ils ont notamment porté sur la simulation de l'induction de charges et des interactions photons (X et γ) - matière dans la géométrie 3D, avec l'objectif d'évaluer cette géométrie de détection pour l'imagerie médicale.

La simulation de l'induction de charges dans le cristal détecteur a été réalisée par la méthode numérique des éléments finis. Pour cela, le logiciel COMSOL [Internet @ 9] a été utilisé. COMSOL calcule l'efficacité d'induction des charges (CIE) pour les électrons et les

trous. Pour rappel, la CIE est établie comme le rapport entre la charge induite sur une électrode et la charge déposée. La charge induite est donnée par le théorème de Ramo-Shockley, que nous rappelons de nouveau pour un type de porteur:

$$Q(t) = \int_0^t n(t) q \mu \vec{\nabla} \phi \vec{\nabla} \Psi dt \quad (\text{II-2})$$

Pour cela, COMSOL calcule la distribution du potentiel appliqué et de la fonction de pondération (zone d'influence de l'électrode, elle vaut 1 pour l'électrode collectante et 0 pour les autres) en résolvant une équation de Laplace, ce qui donne :

$$\vec{\nabla} \cdot (\sigma \vec{\nabla} \phi) = 0 \quad (\text{II-3})$$

avec σ : conductivité électrique du matériau

$$\vec{\nabla} \cdot (\varepsilon \vec{\nabla} \Psi) = 0 \quad (\text{II-4})$$

avec ε : permittivité du matériau

La différence entre les deux équations s'explique par le fait que le champ de pondération résulte d'un effet capacitif (transitoire) dans le matériau tandis que le champ électrique résulte d'un effet conductif (statique) dans le matériau.

Le calcul de la CIE en chaque point de la surface du détecteur est alors obtenu en utilisant l'équation adjointe, qui prend en compte la mobilité, la durée de vie et le coefficient de diffusion des porteurs de charges dans le semi-conducteur, selon les hypothèses suivantes :

- le dépiégeage et la recombinaison des charges ne sont pas pris en compte, car leur constante de temps est supérieure au temps d'intégration.
- la distribution du champ électrique et le piégeage des charges sont considérés comme homogène dans le volume du détecteur.
- le détecteur est totalement déplété dans tout son volume.

La CIE est calculée pour chaque électrode d'intérêt.

Les interactions photons / matière sont calculées par la méthode Monte-Carlo (via PENELOPE [Sempau, 1997]). L'effet photoélectrique, les diffusions Compton et Rayleigh sont considérées. La simulation prend en compte les particules primaires et secondaires, et notamment les électrons et la fluorescence.

Le couplage de la CIE et des interactions photons / matière permet d'obtenir le spectre en énergie de la géométrie simulée et les signaux électriques transitoires.

Dans le cas présenté, la géométrie 3D simulée consiste en une alternance de cathodes et d'anodes (électrodes de mesure). Il faut ici distinguer la notion de cellule de détection et de pixel. Les dimensions de la cellule 3D (pas entre les électrodes, épaisseur) sont notamment fixées par les paramètres physiques du semi-conducteur (propriétés de transport des charges, densité). Ce qui est différent du pixel, tel qu'on l'entend habituellement, dont la dimension et le pas inter-pixel sont liés à l'application du détecteur. Un pixel pourra être constitué d'une ou plusieurs cellules 3D. Dans la simulation, les cellules 3D sont juxtaposées à l'infini.

Un diamètre d'électrode de 70 μm et un pas de 350 μm ont été choisis. Le CdZnTe et le GaAs épitaxié [Sun, 2005] sont simulés. Leurs épaisseurs sont calculées pour absorber 90% des photons de 60 keV (soit 640 μm de CdZnTe et 2,3 mm de GaAs). Pour les mêmes matériaux et les mêmes conditions, des détecteurs planaires ont également été simulés afin de comparer les deux géométries. La figure II-27 présente la distribution du champ électrique sur la surface

et dans le volume de la géométrie 3D. La tension de polarisation appliquée est choisie pour les 2 matériaux de façon à avoir le même champ électrique.

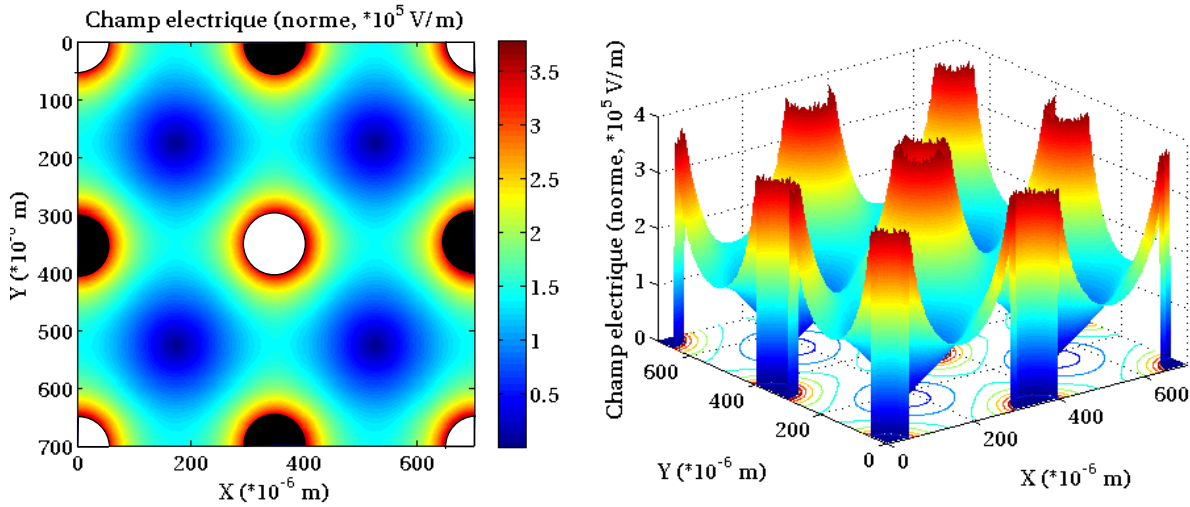


Figure II-27 : Distribution du champ électrique (vues en 2D et 3D) pour la géométrie 3D, les disques blancs représentent les anodes (électrodes de mesure) et les disques noirs représentent les cathodes (électrodes où l'on applique la polarisation) [Ruat, 2009]

La distribution du champ électrique est plus complexe que pour la structure planaire. Le champ électrique diminue fortement entre deux électrodes du même type. Dans ces zones, le mouvement des porteurs de charge sera régi par la diffusion. Le phénomène de diffusion est lent devant le phénomène de dérive, les charges risquent alors d'être piégées avant d'atteindre les électrodes.

La figure II-28 présente les cartographies de CIE pour les deux géométries et les deux matériaux simulés.

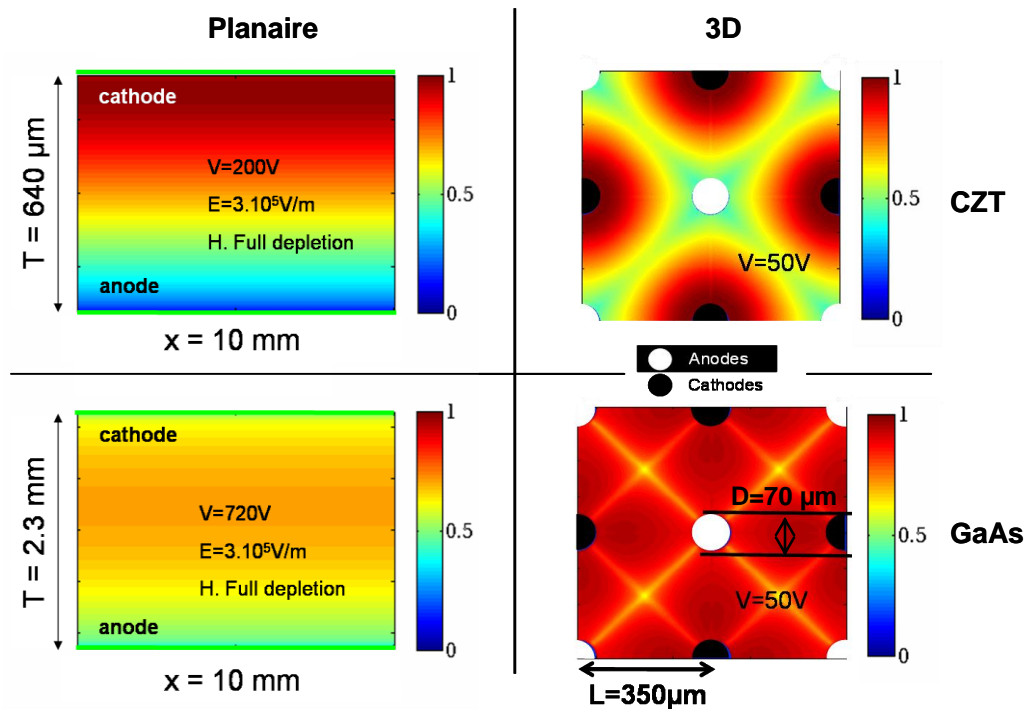


Figure II-28 : Cartographies de CIE simulées pour la géométrie planaire (CdZnTe et GaAs) et la géométrie 3D (CdZnTe et GaAs). Lorsque la CIE vaut 1, la collecte est de 100% [Ruat, 2009].

Le *tableau II-5* résume les conclusions tirées de la *figure II-28*. Lorsque la CIE vaut 1, cela veut dire que 100% des charges sont collectées. Dans le cas de la géométrie 3D, la CIE est considérée homogène dans le volume du détecteur.

Tableau II-5 : Comparaison des cartographies de CIE pour les structures planaires et 3D et pour le CdTe et le GaAs épitaxié

	Planaire	3D
CdZnTe	CIE décroît de la cathode vers l'anode ($\mu\tau_{\text{électron}} > \mu\tau_{\text{trou}}$). Valeur maximale de 100% près de la cathode.	CIE décroît des cathodes vers les anodes. Valeurs proches 100% au voisinage des cathodes. Même phénomène qu'en planaire : pas entre les électrodes trop grand pour les propriétés de transport des trous du matériau.
GaAs épitaxié	CIE maximale au milieu du matériau (60%) mais un peu décalée près de la cathode ($\mu\tau_{\text{électron}} > \mu\tau_{\text{trou}}$)	CIE homogène sur la surface. Valeurs maximales proches de 100%.

Ces résultats montrent que la géométrie 3D permet d'améliorer les performances spectrométriques du GaAs épitaxié. Cependant, elle contraint d'utiliser un semi-conducteur avec des produits $\mu\tau$ des porteurs de charges relativement égaux. Inconvénient important de la géométrie, dans les zones de champ électriques faibles, la CIE est faible.

La *figure II-29* présente les spectres calculés pour une irradiation de photons de 60 keV pour la géométrie planaire (CdTe et GaAs) et la géométrie 3D (GaAs, avec diamètre/pas de 70/350, 10/50 et 2/7 μm).

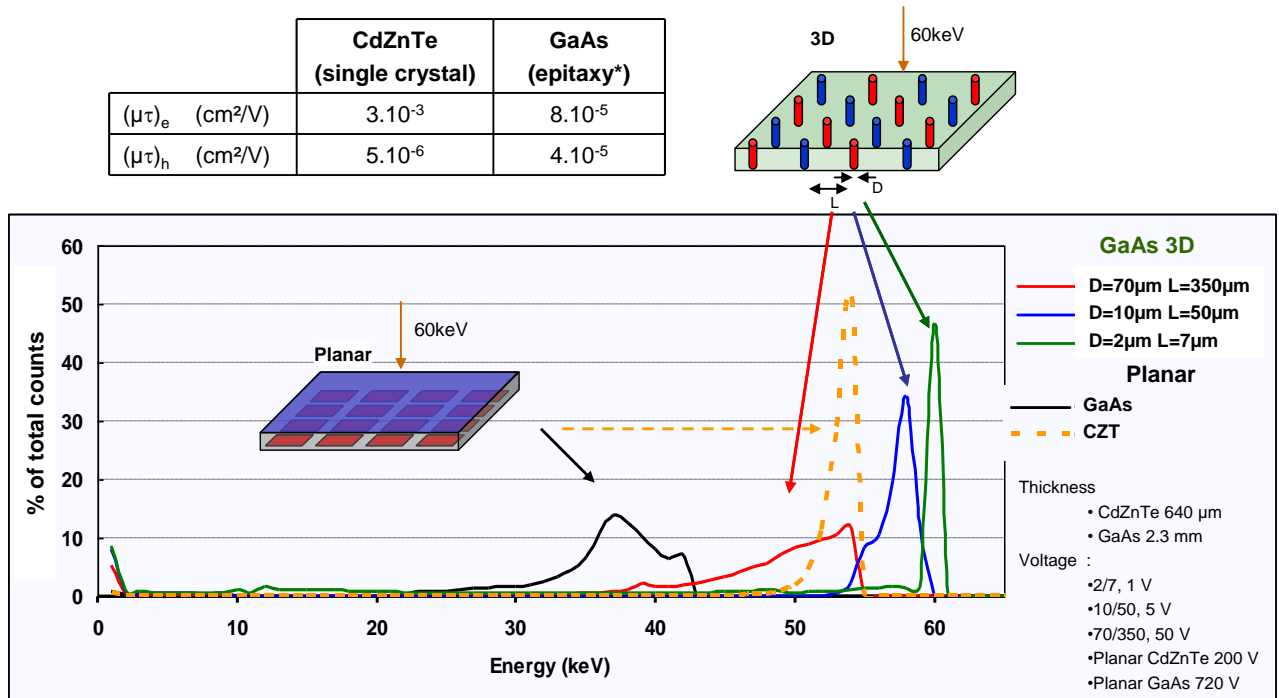


Figure II-29 : Spectres simulés de détection à 60 keV pour la structure planaire (CdZnTe et GaAs) et la géométrie 3D (GaAs avec un rapport diamètre / pas de 70/350, 10/50 et 2/7 μm) [Ruat, 2009]

En géométrie planaire, seul le CdZnTe permet d'atteindre des performances spectrométriques. Avec la géométrie 3D et en rapprochant suffisamment les électrodes, le GaAs atteint également des performances spectrométriques. Le rapport diamètre/pas de 2/7 μm n'est pas atteignable expérimentalement mais est donné pour montrer la tendance.

Cette étude montre que la géométrie 3D rend spectrométrique un semi-conducteur qui ne l'est pas en structure planaire (avec l'épaisseur nécessaire pour l'utilisation en application médicale). Mais les propriétés de transport les plus faibles fixent les performances de la géométrie. Avec le GaAs, la distribution de la CIE est homogène sur la surface du détecteur. Deux zones se distinguent. Lorsque les valeurs de CIE sont élevées, le mouvement des charges est assuré par la dérive dans le matériau et dépend des propriétés de transport et du champ électrique appliqué. Le pas entre les électrodes doit être très inférieur au libre parcours moyen des charges pour avoir une efficacité de collecte maximale. Enfin, entre deux électrodes de même type, les faibles valeurs de champ électrique entraînent de faibles valeurs de CIE. Dans ce travail, nous souhaitons développer un détecteur pour le comptage et nous ne viserons donc pas les performances maximales (2/7 μm).

Ces différents résultats montrent que la géométrie 3D fonctionne avec d'autres matériaux que le Si et prouvent l'intérêt de cette architecture pour le GaAs en vu d'un détecteur pour des applications médicales avec un autre semi-conducteur que le CdTe / CdZnTe.

2.3. Les nanofils

Plusieurs équipes travaillent sur la synthèse de nanofils en semi-conducteurs pour la détection de rayonnement.

Gandhi [Gandhi, 2006] publie en 2006 ses résultats sur des détecteurs à base de nanofils en CdZnTe. Ils sont obtenus par électrodéposition de nanofils de CdZnTe dans une matrice de nanotubes de TiO₂. L'ensemble est ensuite recuit sous atmosphère d'argon. Les nanofils ont un diamètre compris entre 70 et 100 nm et une longueur de 10 µm. Deux phases coexistent : du CdZnTe à 4% de Zn et du ZnTe. La largeur de bande interdite est estimée à 1,53 eV et une résistivité de 5.10⁹ Ω cm est mesurée. Ils travaillent sur l'allongement des fils (jusqu'à 20 µm).

Dans sa publication de 2008, Kum [Kum, 2008] s'intéresse à la synthèse de nanofils en CdTe. Ils sont électrodéposés sur une membrane en polycarbonate. L'ensemble est recuit sous atmosphère réductrice pour améliorer la cristallinité (passer de nanocristallin à quelques grains dans un nanofil) et augmenter la résistivité. Le diamètre des fils est de 90 nm pour une longueur de quelques microns. Un nanofil unique est déposé sur deux électrodes en or (contact Schottky) pour étudier la résistivité et la photoconductivité. Le matériau obtenu est faiblement photoconducteur à cause de la recombinaison des charges aux joints de grains et de la barrière Schottky.

En 2009, Kim [Kim, 2009] propose des détecteurs à base de films constitués de nanofils de CdTe ou de PbSe, obtenus par synthèse colloïdale et avec un diamètre inférieur à 10 nm. L'épaisseur du film est de 500 µm. Un contact en Al ou en Au est déposé sur le film afin de former un contact type diode. Un spectre d'une source alpha de ²⁴¹Am est obtenu avec le film en nanofils de CdTe et montre une faible réponse (à peine supérieure au bruit).

Les détecteurs à base de nanofils sont aussi très étudiés pour le photovoltaïque. Les nanofils sont « rangés » en colonne de manière à former une structure qui ressemble à la géométrie 3D. Ces détecteurs [Internet @ 10] ont pour objectif de découpler l'absorption de la lumière (sur la longueur du nanofil) et la collecte des porteurs de charge (entre les nanofils), ainsi que diminuer la quantité nécessaire de matériau. La figure II-30 présente un schéma de principe de ces détecteurs et une image MEB de nanofils de Si pour le solaire.

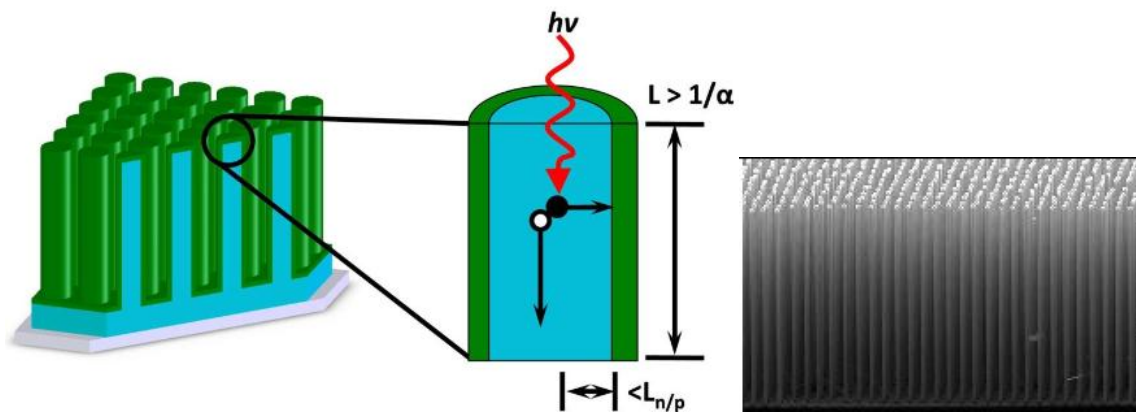


Figure II-30 : Schéma de principe d'un détecteur 3D à base de nanofils et image MEB de nanofils de Si pour le solaire [Internet @ 10]

Ces nanofils ont une structure appelée cœur/coquille. Le cœur est composé du semi-conducteur et enrobé d'une coquille qui constitue le contact. Les semi-conducteurs étudiés sont le CdSe, le CdTe et le Si.

Les nanofils sont un peu étudiés pour la détection de radiation et surtout pour le photovoltaïque. Pour cette application, la volonté de découpler l'absorption des photons et la collecte des charges rejoint nos objectifs. La différence avec la géométrie 3D de Parker réside dans le fait que l'on fait croître le matériau et les électrodes (structure dite « bottom-up ») alors que Parker part d'un semi-conducteur dans lequel il perce les électrodes (structure dite « top-bottom »).

2.4. Les micro-bolomètres

Les micro-bolomètres sont également étudiés pour la détection de rayonnement. Ils reposent sur le principe de conversion du rayonnement en mesure de température.

Un micro-bolomètre est constitué de trois parties :

- un absorbeur (en Pb, Sn,...) qui a pour but de stopper les photons incidents. Le choix de l'absorbeur s'effectue en fonction de l'énergie du rayonnement à détecter. Pour des énergies de 100 keV, un absorbeur en Sn est conseillé.
- un thermomètre qui mesure la température croissante dans l'absorbeur suite à l'absorption du rayonnement. Le plus souvent, un « Transition Edge Sensor » est utilisé. Il s'agit d'un thermomètre ultra sensible constitué d'un matériau supraconducteur. Il peut mesurer une différence de température de 50 mK.
- un système permettant de refroidir l'absorbeur pour qu'il retrouve sa température sans radiation incidente.

Damayanthi [Damayanthi, 2009] propose un micro-bolomètre avec un absorbeur en plomb pour la détection de défauts. Le schéma de principe de son système ainsi que le spectre obtenu pour une source de ^{137}Cs est montré en figure II-31.

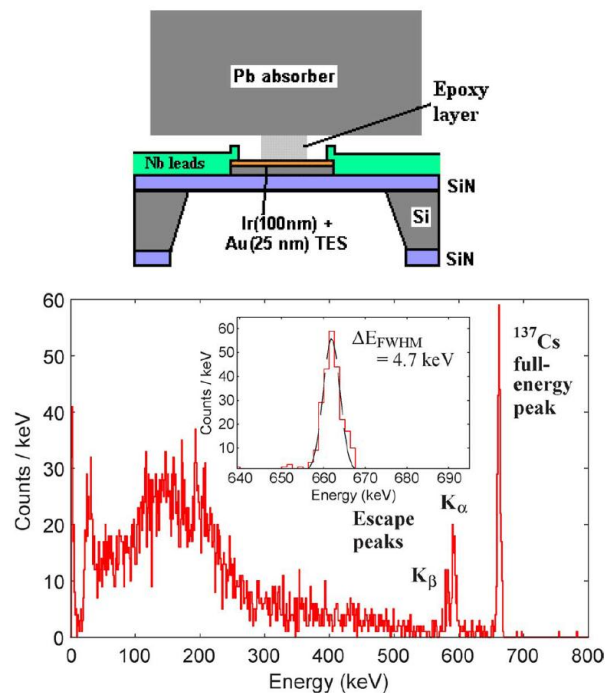


Figure II- 31 : Schéma de principe du micro-bolomètre et spectre obtenu pour une source de ^{137}Cs [Damayanthi, 2009]

On observe un pic photoélectrique ainsi qu'un front Compton. Une résolution en énergie de 4,7 keV à 662 keV est mesurée après un ajustement gaussien, le système est refroidi dans un bain d' $^3\text{He}/^4\text{He}$. Pour avoir une bonne résolution en énergie, il faut choisir avec soin l'épaisseur de l'absorbeur ainsi que sa capacité thermique.

Hoover [Hoover, 2009] propose quand à lui un micro-bolomètre avec un absorbeur en étain pour la détection de rayonnement X et gamma. La figure II-32 présente le spectre obtenu par son système (composé de 26 capteurs) pour une source de ^{153}Gd . Le détecteur est refroidi à 65 mK.

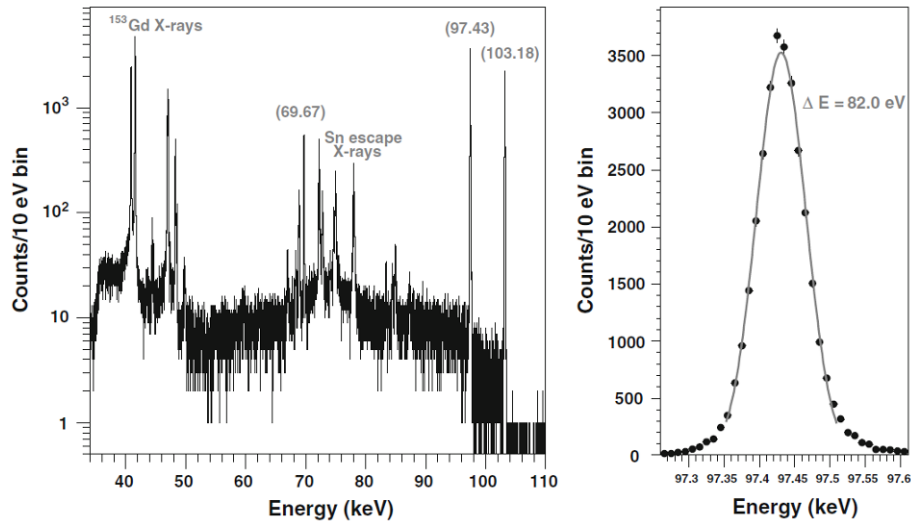


Figure II- 32 : Spectre obtenu par un micro-bolomètre à base de Sn pour une source de ^{153}Gd [Hoover, 2009]

Une résolution en énergie de 82 eV à 97,53 keV (soit 0,08%) est mesurée.

Dans le cadre de nos applications, nous avons voulu vérifier si l'utilisation d'un bolomètre était réalisable.

La variation de température suite à l'absorption d'une énergie vaut :

$$\Delta T = \frac{E}{mC_m} \quad (\text{II-5})$$

avec E : énergie en Joule

m : masse du matériau absorbeur

C_m : capacité thermique massique de l'absorbeur

D'après (II-2), pour avoir une grande variation de température, il faut un matériau léger avec une faible capacité thermique massique. Or, pour l'imagerie médicale, nous avons besoin d'un matériau lourd, pour absorber tous les photons.

Si l'on prend l'exemple du plomb ($C_m = 129 \text{ J/Kg}$), une épaisseur de 0,45 mm est nécessaire pour stopper 90% des photons de 60 keV [Internet@II-6]. Avec un pixel de 200 μm de côté (dimension typique en radiographie X), nous avons besoin de mesurer une variation de température de 400 pK. Et si l'on prend le cas idéal d'un pixel de 1 μm de côté, il faut encore mesurer une variation de température de 15 μK . Or, un TES ne mesure qu'une variation de l'ordre de 50 mK. Dans notre cas, l'utilisation d'un micro-bolomètre ne semble pas réalisable.

2.5. Synthèse

Différentes architectures de détection (quantique ou thermique) ont été proposées dans cette section. Les avancées technologiques et les résultats expérimentaux n'en sont pas au même point pour toutes ces architectures. L'objectif de cet état de l'art est de réfléchir à une nouvelle structure de détection afin de remplacer la géométrie planaire, conventionnellement utilisés en imagerie médicale.

La géométrie 3D (et semi-3D) découple l'absorption des photons incidents et la collecte des charges. Ce qui permet de déplacer le compromis entre les efficacités d'absorption et de collecte présent pour la géométrie planaire. De nombreuses études ont été publiées pour des détecteurs à base de Si, dans le cadre de la détection de particules lourdes et de la collaboration MEDIPIX. Des détecteurs 3D en GaAs ont également été réalisés. Ces résultats encouragent l'idée de remplacer la structure planaire par la 3D, mais montrent également tout l'effort technologique à faire pour réaliser des détecteurs performants (usinage, dépôt de contact, connexion). Enfin, une étude théorique, basée sur la simulation de l'efficacité d'induction de charges dans la géométrie 3D, prouve l'intérêt de cette géométrie pour le GaAs.

Des structures plus originales (à base de nanofils, de micro-bolomètres) sont également étudiées pour la détection de rayonnement. Les détecteurs à base de nanofils sont une variante intéressante de la géométrie 3D (même principe de base mais sans avoir besoin d'usiner les trous pour les électrodes). Une structure à base de semi-conducteur massif peut être imaginée selon cette méthode, en faisant d'abord croître les électrodes puis le semi-conducteur autour. Se pose alors la question de la qualité des interfaces, qui nous semble moins évidente à régler que l'usinage de trous. En ce qui concerne les micro-bolomètres, la sensibilité de mesure du thermomètre nécessaire pour mesurer l'énergie de nos photons nous semble difficile à atteindre (entre le micro et pico-Kelvin).

Pour la suite de ce travail de thèse, nous avons donc choisi d'étudier la géométrie 3D, en partant d'un semi-conducteur massif dans lequel nous venons usiner des trous pour placer les électrodes.

Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de présenter un état de l'art relativement complet sur les semi-conducteurs et les architectures de détecteurs pour la détection de rayonnement X et γ .

Les matériaux semi-conducteurs doivent répondre à plusieurs critères pour satisfaire les besoins en imagerie médicale. Outre leurs paramètres physiques (numéro atomique, résistivité, propriétés de transport des charges), nous devons être aussi vigilants sur leur toxicité, leur maturité technologique et leur coût.

Nous avons pu classer les matériaux selon leur maturité, des semi-conducteurs les plus classiques (Si, GaAs) aux plus prospectifs (chalcogénures, polymères). Afin de pouvoir

réaliser rapidement des dispositifs de test, notre choix s'est porté sur le GaAs semi-isolant, un matériau mûr technologiquement.

Du point de vue des architectures de détecteurs, nous avons identifié la géométrie 3D comme principale alternative à la géométrie planaire. Elle permet de déplacer le compromis sur l'épaisseur de matériau inhérent à la structure planaire, et donc de conserver l'épaisseur utile à l'absorption des photons tout en diminuant la distance de collecte. Une étude théorique a démontré que la géométrie 3D peut apporter des performances spectrométriques à un matériau qui n'en a pas en structure planaire (pour une épaisseur nécessaire à l'utilisation en imagerie médicale). La géométrie 3D nécessite l'emploi d'un semi-conducteur avec des propriétés de transport des porteurs de charges symétriques, comme le GaAs. Les dimensions des électrodes et du pas entre les électrodes doivent être choisies par rapport au libre parcours moyen des charges dans le matériau afin d'avoir le détecteur le plus efficace possible et au prix de problèmes techniques à résoudre (usinage des électrodes, dépôt de contact sur les flancs des électrodes, connexion des électrodes au circuit électronique de lecture).

Nous avons donc choisi de nous concentrer sur l'association de la géométrie 3D avec le SI-GaAs. Pour arriver au résultat final, plusieurs axes de recherche se sont déroulés en parallèle et seront développées dans les chapitres suivants.

Les prototypes de détecteurs développés dans ces travaux sont composés d'une seule cellule de détection, à la différence de la simulation (infinité de cellules). Les dimensions sont fixées par les propriétés physiques du matériau. Dans la perspective future de la conception d'un détecteur pour la radiographie X (avec surface allant jusqu'à 43x43 cm²), un pixel, dont les dimensions sont liées à l'application, pourra être constitué d'une ou plusieurs cellules 3D.

Chapitre III

Etude du GaAs semi-isolant en structure planaire : évaluation du matériau et des électrodes

1. Généralités	82
1.1. Fournisseurs et croissances	82
1.2. Interface métal / semi-conducteur	83
1.3. Techniques de dépôt de couches métalliques.....	87
2. Caractéristiques courant-tension.....	92
2.1. Dispositif expérimental	92
2.2. Analyse des résultats	93
2.2.1. Comportement des détecteurs sous tension de polarisation.....	93
2.2.2. Calcul de la densité de courant d'obscurité	95
2.2.3. Evaluation des résistivités apparentes à tension nulle et aux tensions de travail	96
3. Mesures en intégration.....	99
3.1. Dispositif expérimental	99
3.2. Analyse des résultats	100
3.2.1. Comportement des détecteurs sous irradiation de rayons X.....	100
3.2.2. Calcul de la sensibilité des détecteurs	103
3.2.3. Estimation de la longueur de la zone sensible dans le détecteur	105
4. Tests sous irradiation gamma	107
Conclusion.....	108

L'état de l'art sur les matériaux semi-conducteurs pour la détection de rayonnement X présenté dans le chapitre II a mis en évidence le GaAs Semi-Isolant (SI-GaAs) comme alternative au CdTe / CdZnTe. L'appellation semi-isolant signifie que le fabriquant a placé le niveau de Fermi au milieu de la bande interdite du semi-conducteur, en compensant le défaut natif EL2, donneur profond, par des accepteurs (impuretés et défauts). Ce qui permet d'augmenter la résistivité intrinsèque du matériau mais en réduisant la densité de porteurs libres et en nuisant aux propriétés de transport.

Matériau massif, le SI-GaAs possède une résistivité intrinsèque de l'ordre de $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ en moyenne et une bonne mobilité des porteurs de charges ($\mu > 6500 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ pour les électrons et de l'ordre de $400 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ pour les trous). Cependant, la durée de vie des porteurs est fortement diminuée par la présence de niveaux pièges dans la bande interdite, tel que le défaut EL2 (cf. Chapitre II). Ce qui réduit ses performances en détection.

L'étude bibliographique a également montré la nécessité et la difficulté de réaliser de bons contacts sur ce matériau.

Afin de pouvoir choisir un SI-GaAs (en termes de fournisseurs, de méthode de croissance) et un contact électrique (technique de dépôt, couches métalliques), nous avons procédé à une étude expérimentale du matériau en structure planaire. La première partie de ce chapitre est consacrée à quelques généralités sur les différents GaAs disponibles, les techniques de dépôt de couches métalliques et la théorie sur le contact métal / semi-conducteur. Nous détaillerons ensuite les tests que nous avons effectués : caractéristiques courant-tension, mesures en intégration sous irradiation de rayons X et mesures sous irradiation γ .

1. Généralités

Dans les paragraphes suivants, nous allons présenter les différents choix disponibles de matériaux (fournisseurs industriels et croissances). Pour nos détecteurs, au vu des résultats trouvés dans l'étude bibliographique, nous nous sommes orientés vers un contact Schottky, pour réduire le courant de fuite, avec une électrode métallique. Nous n'avons pas étudié les contacts type hétérojonction par implantation d'ions car nous n'en avons pas les moyens techniques ni les connaissances pour le faire. De plus, nous cherchons un contact qui puisse se déposer dans les trous de la géométrie 3D.

Nous détaillerons rapidement les techniques de dépôt testées dans le cadre de notre étude ainsi que la théorie sur l'interface métal / semi-conducteur.

1.1. Fournisseurs et croissances

Comme nous l'avons vu dans le chapitre II, le GaAs semi-isolant se trouve sous la forme de lingots monocristallins, découpés ensuite en wafers de différentes épaisseurs (généralement entre 300 et 600 μm). Les techniques de croissance les plus utilisées sont les méthodes LEC et VGF. Elles permettent de fournir des wafers avec un diamètre allant jusqu'à 8 pouces.

Les fournisseurs industriels donnent une estimation de la résistivité intrinsèque du semi-conducteur ($10^7 \Omega \cdot \text{cm}$) et de la mobilité des électrons (entre 4000 et 6500 $\text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ pour les wafers que nous avons achetés). Aucune évaluation des durées de vie des porteurs de charge n'est donnée, car ce n'est pas un critère primordial pour la micro-électronique et l'optronique.

Nous nous sommes référés à la littérature pour choisir les différents SI-GaAs que nous voulions tester. Au final, nous avons sélectionné les fournisseurs suivants :

- **WaferTechnology**, il s'agit du SI-GaAs testé par Pellegrini [Pellegrini, 2002] pour ses détecteurs 3D. Fournisseur anglais, il propose une croissance **LEC** et **VGF**, avec une épaisseur de 500 μm , pour son matériau.
- **CMK**, qui est un fournisseur slovaque. On retrouve ce fournisseur dans de nombreuses publications du laboratoire « Institute of Measurements » de Bratislava. Nous avons choisi également de tester les deux croissances disponibles (**LEC** et **VGF** avec une épaisseur respective de 400 et 550 μm).
- **Freiberger**, en croissance **VGF** (épaisseur de 600 μm), nous a été directement conseillé par F. Dubecký (du laboratoire de Bratislava). Il s'agit d'un fournisseur allemand.

Chaque wafer de GaAs a été découpé en échantillon de 10 x 10 mm^2 pour les tests.

1.2. Interface métal / semi-conducteur

La réalisation d'un détecteur à base de semi-conducteur nécessite la formation d'électrodes sur le matériau. Nous avons choisi d'utiliser des électrodes métalliques, formées grâce à un dépôt d'une ou plusieurs couches de métaux. Les techniques de dépôts utilisées dans le cadre de ce travail seront expliquées dans la section suivante.

La mise en contact d'un semi-conducteur avec un métal provoque un réajustement des niveaux d'énergies et une modification de la structure des bandes. En fonction du métal et du semi-conducteur, le contact peut-être redresseur (on parle alors de contact Schottky) ou ohmique.

Dans la suite des paragraphes, pour faciliter la compréhension, nous prendrons l'exemple d'un semi-conducteur de type n, mais ce n'est pas le cas du SI-GaAs.

On appelle niveau du vide (NV), l'énergie potentielle d'un électron extrait d'un corps étudié dans le vide au voisinage de ce corps. Un métal est caractérisé par son travail de sortie $q\Phi_M$ correspondant à l'énergie en eV qu'il faut fournir à un électron situé au niveau de Fermi pour l'arracher du métal et le placer au niveau du vide. Le *tableau III-1* donne quelques travaux de sortie pour des métaux souvent utilisés.

Tableau III-1 : Travaux de sortie pour métaux usuels

Métaux	Cr	Al	Ag	Au	Pt
(eV)	4,6	4,3	4,3	4,8	5,3

Le travail de sortie d'un semi-conducteur $q\Phi_S$ est défini de la même manière. Mais comme le niveau de Fermi du semi-conducteur dépend du dopage du matériau, son travail de sortie n'est pas une constante physique caractéristique.

Le semi-conducteur va être caractérisé par son affinité électronique $q\chi_S$ correspondant à l'énergie nécessaire à un électron situé dans le bas de la bande de conduction pour l'amener au niveau du vide. Le *tableau III-2* donne quelques affinités électroniques pour des semi-conducteurs classiques.

Tableau III-2 : Affinités électroniques pour semi-conducteurs usuels

Semi-conducteurs	Si	Ge	GaAs	InP	CdTe
(eV)	4,01	4,12	4,07	4,38	4,28

La *figure III-1* présente un schéma de la structure des bandes d'un métal et d'un semi-conducteur.

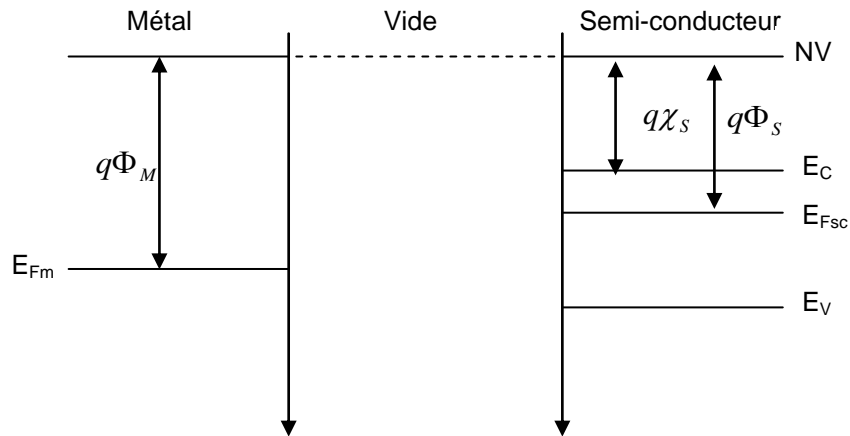


Figure III-1 : Structure des bandes d'un métal et d'un semi-conducteur

Selon le modèle de Schottky et Mott, il existe deux types de contact : redresseur et ohmique.

Dans le cas où $\Phi_M > \Phi_S$, lors de la mise en contact, le système entre en déséquilibre et des électrons quittent le semi-conducteur pour s'accumuler à la surface du métal jusqu'à l'alignement des niveaux de Fermi. Un champ électrique se crée entre le métal, chargé négativement, et le semi-conducteur à l'intérieur duquel une zone désertée par les électrons (appelée zone de charge d'espace) acquiert une charge positive.

A l'équilibre, une barrière de potentiel s'oppose au passage des électrons du niveau de Fermi du métal vers la bande de conduction du semi-conducteur. Sa hauteur vaut :

$$q\Phi_B = q\Phi_M - q\chi_S \quad (\text{III-1})$$

La hauteur de barrière qui s'oppose au passage des électrons du niveau de Fermi du semi-conducteur vers le niveau de Fermi du métal vaut quant à elle :

$$qV_B = q\Phi_M - q\Phi_S \quad (\text{III-2})$$

La figure III-2 présente la structure de bande après mise en contact d'un métal et d'un semi-conducteur.

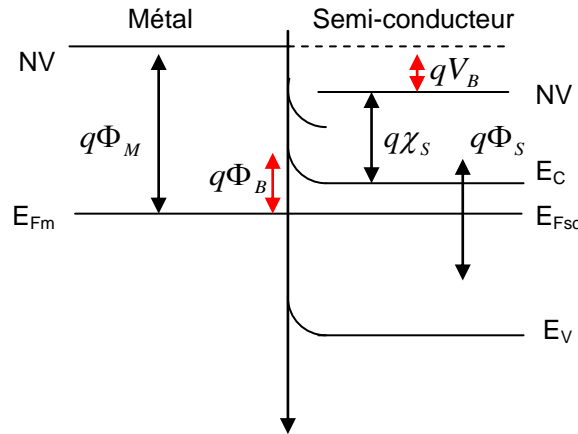


Figure III-2 : Structure de bande après mise en contact du métal et du semi-conducteur (type n)

On obtient donc, toujours dans le cas où $\Phi_M > \Phi_S$, un **contact de type redresseur**, ou **Schottky**. La zone de charge d'espace, désertée par les porteurs majoritaires, est une zone résistive.

L'application d'une tension de polarisation modifie l'équilibre thermodynamique de la structure. Si l'on diminue le potentiel du semi-conducteur par rapport à celui du métal, le niveau de Fermi du métal « descend » de la valeur du potentiel appliqué. Un courant électrique circule entre le métal et le semi-conducteur qui croît exponentiellement en fonction de la tension appliquée. C'est une polarisation directe.

Lorsque l'on porte le semi-conducteur à un potentiel supérieur au métal, le niveau de Fermi du métal « monte » par rapport à celui du semi-conducteur. L'épaisseur de la zone désertée augmente avec la différence de potentiel appliqué et seul le courant d'émission des électrons du métal vers le semi-conducteur est présent. Le contact devient bloquant, il s'agit d'une polarisation inverse.

Un contact Schottky, polarisé en inverse, entraîne généralement un courant de fuite faible, ce qui permet l'utilisation d'un semi-conducteur avec une résistivité moyenne. Par contre, afin d'être complètement sensible, le semi-conducteur doit être entièrement déplété, ce qui amène une contrainte sur le potentiel appliqué.

Dans le cas où $\Phi_M < \Phi_S$ et toujours pour un semi-conducteur de type n, ce sont cette fois les électrons du métal, possédant la plus grande énergie, qui vont être transférés vers le semi-conducteur jusqu'à l'alignement des niveaux de Fermi. Il y a accumulation des porteurs de charges majoritaires dans le semi-conducteur. Le contact est dit **ohmique**. Cette fois, la zone de charge d'espace est conductrice.

Le contact ohmique nécessite l'utilisation d'un semi-conducteur avec une grande résistivité.

Pour un semi-conducteur de type p, les conditions sur Φ_M et Φ_S sont inversées et le courant est dû au mouvement des trous, porteurs majoritaires.

Le modèle de Schottky et Mott présume donc que les hauteurs de barrière de potentiel ne dépendent que du travail de sortie du métal de l'électrode, du niveau de Fermi et de l'affinité électronique du semi-conducteur. En réalité, l'état de surface du semi-conducteur provoque une modification des niveaux d'énergie et donc de la hauteur de barrière de potentiel. Il peut s'agir de phénomènes intrinsèques (défauts cristallins) ou extrinsèques (atomes étrangers avant le dépôt de contact comme un oxyde).

En théorie, avec son niveau de Fermi au milieu de sa bande interdite, le SI-GaAs se trouve dans une configuration où $n = p$ et le modèle de Schottky et Mott ne devrait donc pas s'appliquer simplement.

Dans la littérature, le SI-GaAs est le plus souvent associé à un contact Schottky, certainement à cause de sa résistivité de l'ordre de $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$. Selon Boër [Boër, 1992] beaucoup de métaux peuvent être utilisés sur ce semi-conducteur pour réaliser un contact Schottky, grâce à l'affinité électronique relativement faible du GaAs (4,07 eV). Cependant, le Ga, issu du GaAs, se diffuse rapidement dans ces contacts, ce qui les dégrade. Il faut donc choisir des métaux stables et qui adhèrent correctement à la surface du GaAs. Les métaux Al, Ti, Cr et Mo répondent à ces critères. Le Ti est le plus souvent utilisé dans la littérature, en association avec le Pt ou Pd et l'Au. Dans ce cas, le Ti joue le rôle de couche d'accroche. Le Pt ou le Pd ont un rôle de barrière de diffusion. L'Au est ajouté grâce à sa faible résistivité pour permettre le contact électrique et éviter l'oxydation du contact.

Toujours dans la littérature, on trouve également l'association du SI-GaAs avec l'alliage eutectique NiGeAu qui donne un contact ohmique. Pour des questions techniques, nous n'avons pas pu tester ce contact au cours de cette thèse.

De manière empirique, nous avons choisi de tester les électrodes les plus employées :

- Ti/Pt/Au. Dans ce cas, c'est le Pt qui sert pour la barrière de diffusion (travail de sortie de 5,3 eV).
- Ti/Au (travail de sortie de 4,8 eV).

En parallèle, nous avons également choisi d'étudier le contact obtenu par dépôt d'Au par électroless, contact couramment utilisé au sein du laboratoire pour le CdTe et le CdZnTe.

Nous allons essayer maintenant de prévoir, de manière théorique, le comportement électrique de ces contacts. Nous avons choisi de déposer un contact symétrique sur le semi-conducteur, ce qui nous donne les interfaces suivantes : métal / semi-conducteur / métal. La *figure III-3* présente la structure des bandes de notre dispositif avec un contact Ti/Pt/Au, où le raisonnement s'effectue par rapport au Pt, après avoir atteint l'équilibre thermodynamique (et donc l'alignement des niveaux de Fermi).

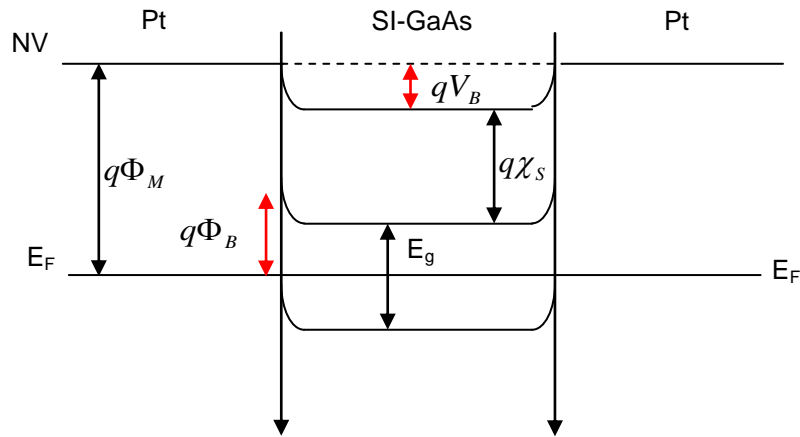


Figure III-3 : Structure des bandes pour un contact Au/Pt/Ti - GaAs - Ti/Pt/Au

Avec : $q\Phi_M = 5,3 \text{ eV}$

$$q\Phi_S = q\chi_S + \frac{E_g}{2} = 4,07 + 0,7 = 4,77 \text{ eV}$$

Si le SI-GaAs était de type n, selon le modèle de Schottky et Mott, nous serions dans le cas où $\Phi_M > \Phi_S$ et nous aurions alors un contact Schottky, avec un courant dû aux électrons.

La hauteur de barrière « métal vers semi-conducteur » vaudrait $q\Phi_B = 5,3 - 4,07 = 1,23 \text{ eV}$, tandis que celle « semi-conducteur vers métal » vaudrait $qV_B = 4,3 - 4,77 = 0,53 \text{ eV}$.

Le schéma électrique de notre dispositif correspondrait alors à deux diodes têtes-bêches, ce qui fait que, quel que soit le sens de la polarisation, le système serait toujours bloquant.

Si le SI-GaAs était de type p, nous serions toujours dans le cas où $\Phi_M > \Phi_S$, avec cette fois un contact ohmique et un courant dû aux trous.

En conclusion, pour un contact Ti/Pt/Au symétrique sur du SI-GaAs, théoriquement, nous nous attendons à avoir une combinaison d'un contact Schottky et d'un contact ohmique.

Pour le contact Ti/Au ou Au, nous nous retrouvons dans le cas où $\Phi_M = \Phi_S$. Dans le semi-conducteur, la densité des porteurs majoritaires reste constante, c'est ce qu'on appelle le régime de bandes plates. La hauteur de barrière pour les électrons (type n) ou les trous (type p) qui veulent transiter du métal vers le semi-conducteur vaut :

$$q\Phi_B = q\Phi_M - q\chi_S = 4,8 - 4,07 = 0,73 \text{ eV}.$$

Avec un dépôt d'Au, nous nous attendons donc à avoir un contact Schottky.

1.3. Techniques de dépôt de couches métalliques

L'électrode déposée sur le semi-conducteur est le système qui permet le passage d'un courant électrique dans le semi-conducteur, et donc sa polarisation. Le contact électrique est caractérisé par sa résistance de contact (qui doit être faible afin de laisser passer le plus grand courant possible), sa résistance à l'érosion et à l'oxydation (qui dégradent les performances du

contact), son adhésion à la surface du semi-conducteur. Le dépôt de contact est un point clé dans la réalisation d'un détecteur.

Pour cette étude, trois techniques ont été testées : l'électroless, la pulvérisation cathodique et l'évaporation par faisceau d'électrons. Nous avons utilisé des méthodes déjà existantes.

Avant de décrire les méthodes de dépôt étudiées dans le cadre de cette thèse, nous allons d'abord expliquer la structure de détection choisie pour tester de manière simple nos différents SI-GaAs. L'objectif de cette étude est de trouver un couple matériau / électrode qui permet de compter des photons. Pour cela, nous avons utilisé une géométrie planaire dont le schéma est présenté en *figure III-4*.

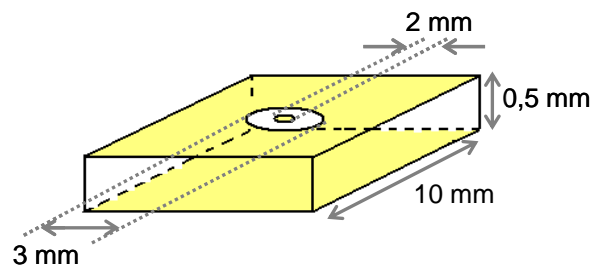


Figure III-4 : Schéma du détecteur planaire en SI-GaAs

L'électrode en face arrière est une électrode pleine face. En face avant, l'électrode est un disque avec un diamètre de 2 mm et est entourée d'un grand anneau de garde afin de nous affranchir des effets de bords.

La dimension choisie de l'électrode n'est pas idéale pour le SI-GaAs. En effet, ce matériau possède une résistivité moyenne. Avec une épaisseur en moyenne de 500 μm , nous nous attendons à mesurer de forts courants de fuite. Cependant, cette géométrie présente l'avantage d'être facilement connectable et nous permet déjà de faire un tri rapide.

L'électroless

L'électroless est une méthode électrochimique. Basée sur une réaction d'oxydoréduction, elle consiste à plonger le semi-conducteur dans un bain rempli d'une solution contenant le métal liquide à déposer. Une préparation de surface du matériau, via une attaque chimique par exemple, peut-être nécessaire avant le dépôt.

Cette technique est utilisée au laboratoire pour déposer de l'or (Au) sur le CdTe et le CdZnTe. L'or pénètre dans le réseau cristallin du matériau en remplaçant des atomes de Cd ou de Te. On obtient alors un alliage CdTe / Au puis une couche d'Au.

Le dépôt par electroless sur le Si-GaAs ne semble pas étudié dans la littérature. Cependant, comme il s'agit d'un dépôt par voie liquide, il nous a paru judicieux d'étudier ce contact. En effet, nous avons pour objectif final de réaliser un détecteur 3D et il nous faut trouver une méthode qui permet de rentrer dans les trous et de déposer l'électrode sur les flancs des trous.

Dans ce travail, une attaque chimique au méthanol bromé est utilisée pour désoxyder la surface du semi-conducteur. Puis, l'échantillon est placé dans une solution d' AuCl_3 . Après un premier essai peu concluant, nous avons décidé de roder la surface du SI-GaAs (disque de polissage avec un grain de $3\ \mu\text{m}$) afin de permettre à l'or d'adhérer sur le matériau. Un dépôt d'une épaisseur de $40\ \text{nm}$ d'or est ainsi réalisé. La *figure III-5* présente des photographies prises sous binoculaire optique de la face avant des détecteurs en GaAs de Freiburger et CMK (LEC et VGF) avec un dépôt d'or par électroless.

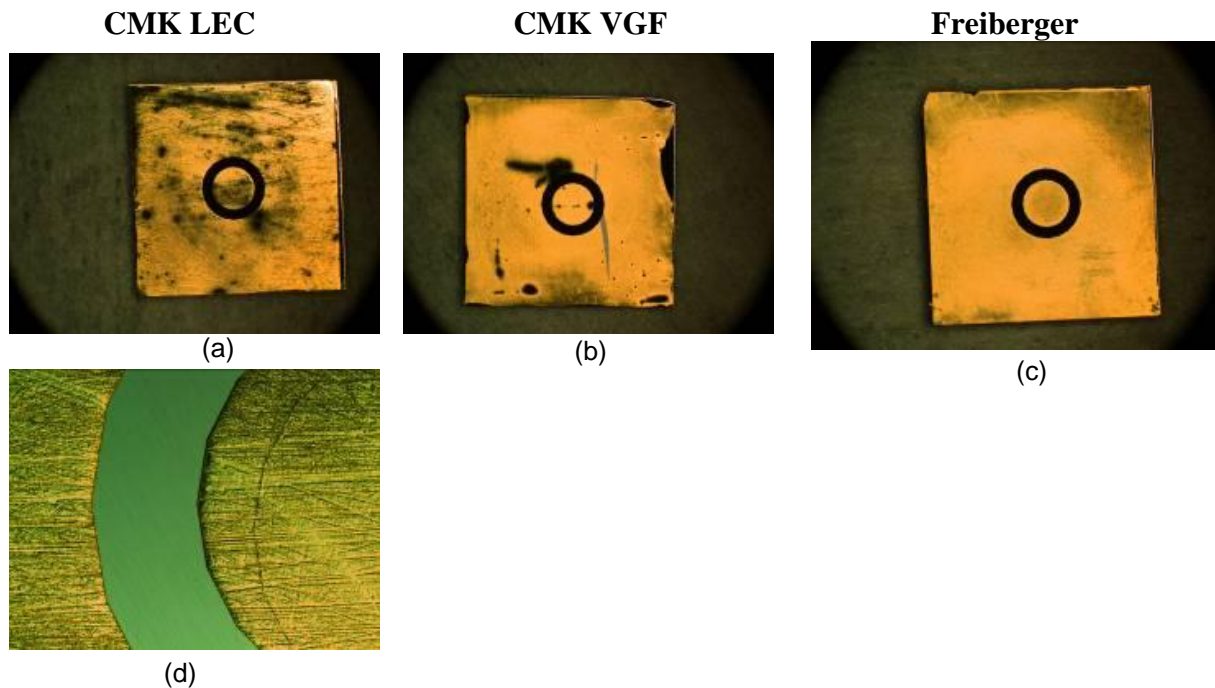


Figure III-5 : Photographies du dépôt d'or par électroless sur du GaAs de CMK (LEC et VGF) et Freiburger (face avant des détecteurs)

Avec cette technique, le dépôt d'or tient sur la surface des différents SI-GaAs. Une résistance de contact de 10 , 30 et $300\ \Omega$ est mesurée en face arrière, respectivement pour Freiburger, CMK VGF et CMK LEC. Ce sont des valeurs relativement élevées, qui peuvent être dues au rodage de la surface du matériau. Pour le GaAs de Freiburger, le dépôt est uniforme sur toute la surface du matériau. En ce qui concerne ceux de CMK, la surface d'or est moins uniforme. Le zoom présenté dans la *figure III-5* permet de voir la surface rodée du semi-conducteur.

La pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique est une méthode de dépôt de couche mince. Son principe repose sur la condensation d'une vapeur métallique, issue d'une source solide, la cible, sur un substrat refroidi. Dans notre cas, un plasma créé à partir d'un gaz d'argon vient bombarder la cible et pulvérise les atomes de sa surface. Sous l'action d'un champ électrique, les atomes métalliques viennent se redéposer sur le substrat. La *figure III-6* montre le schéma de principe de la pulvérisation cathodique.

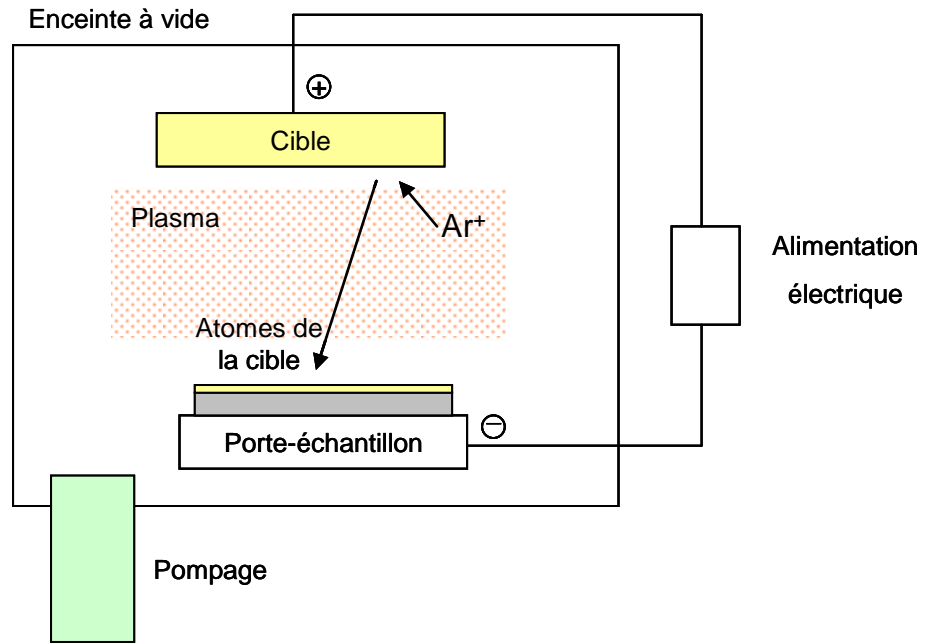


Figure III-6 : Principe de la pulvérisation cathodique

La pulvérisation cathodique permet de déposer une couche métallique sur une grande surface, rapidement et en respectant la stœchiométrie de la cible. Cependant, elle a aussi tendance à abîmer la surface du semi-conducteur. Cette technique nous semble intéressante car, avec son nuage d'ions métalliques, elle devrait pouvoir permettre le dépôt sur les flancs des trous pour les détecteurs 3D.

Un dépôt de Ti/Pt/Au a été réalisé par pulvérisation sur tous les SI-GaAs achetés avec une épaisseur de 10/40/150 nm. Avant le dépôt, nous avons procédé à un dégraissage des échantillons avec un mélange solvane-acétone-méthanol et à une désoxydation de la surface à l'acide chlorhydrique dilué. La *figure III-7* présente les photographies de la face avant des détecteurs en SI-GaAs de Freiburger et de CMK (LEC).

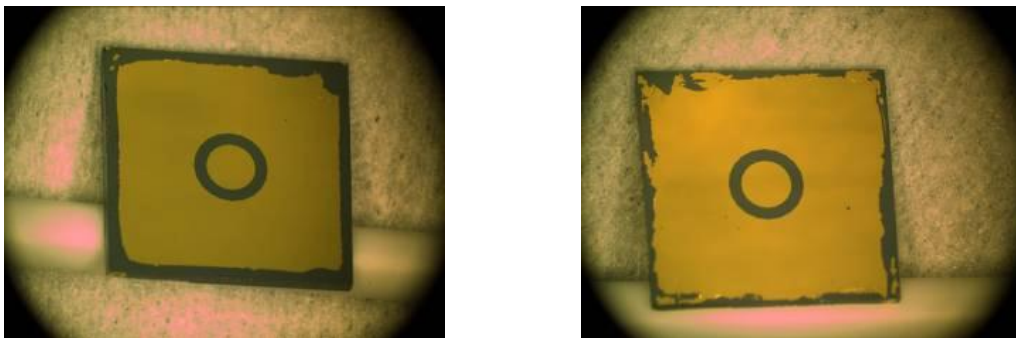


Figure III-7 : Photographies du dépôt de Ti/Pt/Au par pulvérisation pour le SI-GaAs de Freiburger et de CMK (LEC)

Le dépôt par pulvérisation est très homogène sur toute la surface des SI-GaAs. Le bord de l'anneau de garde semble abîmé mais c'est dû à la protection des bords du matériau pendant

le dépôt. La résistance de contact en face arrière vaut respectivement 40 et 25 Ω pour le Freiburger et le CMK (LEC), ce qui reste encore un peu élevé.

L'évaporation

L'évaporation est la dernière méthode testée dans cette thèse. Technique de dépôt de couche mince également, elle est basée sur le principe de l'évaporation et de la condensation d'un métal issu d'une cible. Le métal est placé dans un creuset et est porté à sa température d'évaporation grâce à un canon à électrons piloté qui vient balayer la cible. L'utilisation d'un faisceau d'électrons permet d'éviter la pollution de la cible par le creuset. L'évaporation s'effectue sous vide afin de permettre aux particules de se propager en ligne droite et d'atteindre le substrat. La *figure III-8* présente le schéma de principe de cette méthode.

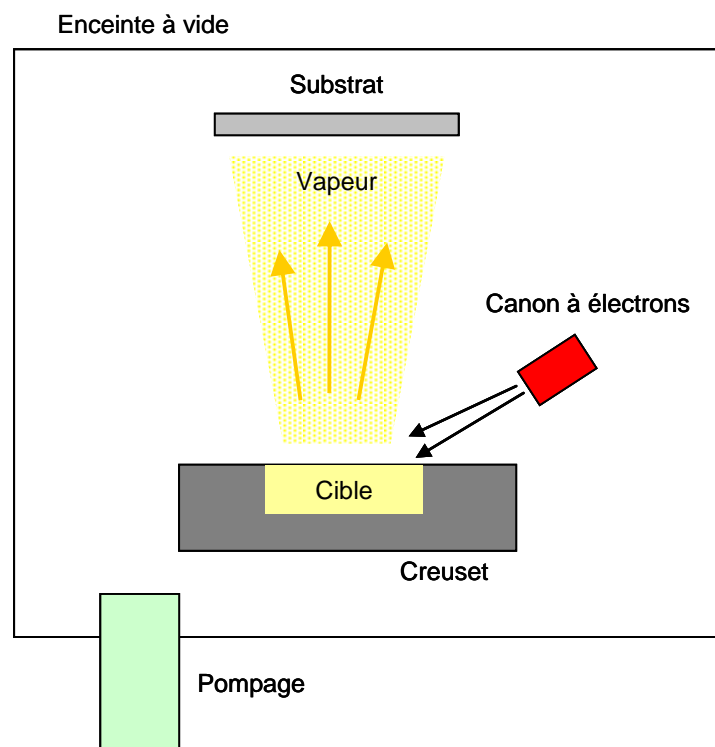


Figure III-8 : Schéma de principe du dépôt par évaporation

L'évaporation est une technique très directive. Dans le cas de la géométrie 3D, nous ne sommes pas sûrs qu'elle permette le dépôt sur les flancs des trous. Cependant, elle est souvent citée dans les publications sur le SI-GaAs.

Nous avons réalisé deux types de dépôt par évaporation sur tous les SI-GaAs : Ti/Au et Ti/Pt/Au, afin de voir l'influence de la barrière de diffusion dans le contact. Ces électrodes sont notamment utilisées par l'Institute of Measurement de Bratislava. Les épaisseurs sont de 10/100 nm pour le Ti/Au et de 10/40/200 nm pour le Ti/Pt/Au. Nous avons choisi d'augmenter l'épaisseur de la couche d'or dans ce dernier contact par rapport au dépôt par pulvérisation afin d'essayer d'améliorer la résistance de contact.

Le dépôt par évaporation est uniforme sur toute la surface des matériaux. Visuellement, nous ne voyons pas la différence avec un dépôt par pulvérisation (*figure III-7*). La résistance de contact mesurée en face arrière est en moyenne de 0,8 Ω pour le Ti/Pt/Au et de 1,5 Ω pour le Ti/Au, ce qui prouve la qualité du contact et son amélioration avec l'introduction du platine.

Le *tableau III-3* résume les différents contacts déposés et les résistances de contact en fonction des matériaux.

Tableau III- 3 : Résumé des électrodes et des résistances de contact en fonction du SI-GaAs

	WT LEC	WT VGF	CMK LEC	CMK VGF	Freiberger VGF
Electroless Au			300 Ω	30 Ω	10 Ω
Pulvérisation Ti/Pt/Au	40 Ω	40 Ω	25 Ω	77 Ω	40 Ω
Evaporation Ti/Au	1,5 Ω	1,4 Ω	1,6 Ω	1,5 Ω	1,3 Ω
Evaporation Ti/Pt/Au	0,8 Ω	0,8 Ω	0,8 Ω	0,8 Ω	0,8 Ω

Nous avons ensuite procédé à différentes caractérisations sur tous ces échantillons, que nous allons détailler dans les paragraphes suivants.

2. Caractéristiques courant-tension

Le tracé de la caractéristique courant-tension d'un détecteur sert à déterminer le courant d'obscurité et la tension maximum applicable, paramètres essentiels pour le bruit du détecteur et la collecte des charges. Elle nous renseigne également sur la qualité du contact réalisé.

Les paragraphes suivants détailleront le dispositif expérimental et les résultats.

2.1. Dispositif expérimental

La mesure du courant est effectuée par un pico-ampèremètre (KEITHLEY 6517 A) qui assure également la polarisation du détecteur. La tension est appliquée sur la face arrière du semi-conducteur tandis que le signal est récupéré sur la face avant. L'anneau de garde est relié quant à lui à la masse. La *figure III-9* présente le principe de cette mesure.

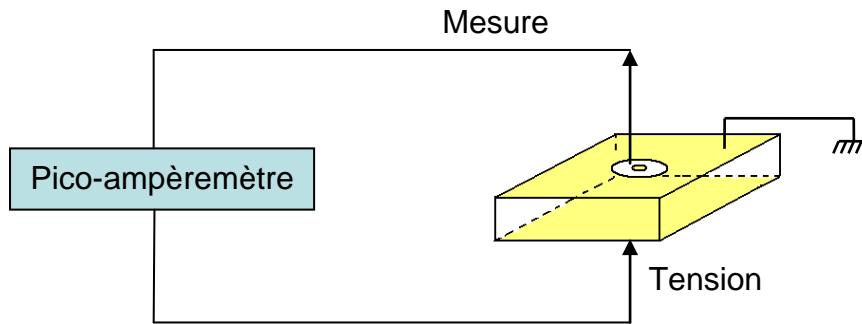


Figure III-9: Schéma de principe de la mesure de la caractéristique courant-tension

L'échantillon est placé dans un boîtier fermé afin de réaliser les mesures dans l'obscurité. A chaque incrément de tension, nous mesurons le courant d'obscurité pendant 60 secondes, de façon à laisser le courant se stabiliser. Nous commençons par une tension de polarisation nulle, avant de monter progressivement vers les tensions positives puis de redescendre vers les tensions négatives. Nous finissons en revenant à tension nulle. Ce protocole nous permet de vérifier l'hystérésis de l'échantillon.

2.2. Analyse des résultats

Plusieurs informations peuvent être extraites des caractéristiques courant-tension que nous avons mesurées. Nous nous sommes intéressés au comportement global des détecteurs sous tension (stabilité, hystérésis, tension maximale applicable), à la densité de courant d'obscurité et à la résistivité pour chaque échantillon.

2.2.1. Comportement des détecteurs sous tension de polarisation

De manière générale, les caractéristiques courant-tension relevées correspondent plus à un contact Schottky qu'à un contact ohmique, sans être toutefois un contact Schottky parfait. Un ou plusieurs régimes sont observés, qui correspondent à des pentes différentes dans la courbe, et atteignent dans certains cas un régime quasi-stationnaire. C'est le cas par exemple du SI-GaAs de CMK (LEC) avec un contact Ti/Au déposé par évaporation (figure III-10).

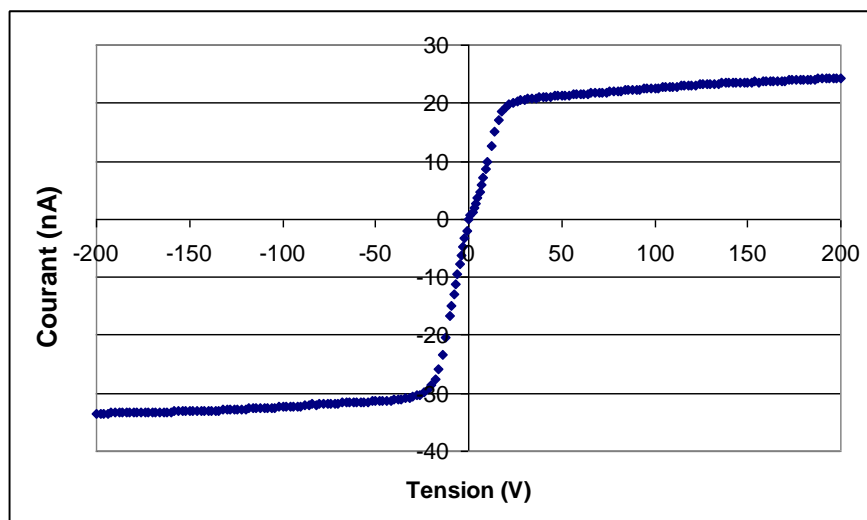


Figure III-10 : Caractéristique I-V pour le SI-GaAs CMK LEC avec un contact Ti/Au par évaporation

Pour cet échantillon, nous observons un régime quasi-ohmique entre -20 et 20 V. Au-delà, un régime quasi-stationnaire s'est établi, avec un courant de fuite valant en moyenne -30 nA en polarisation négative et 25 nA en polarisation positive.

Les courants mesurés sont dans l'ensemble stables temporellement. Les dispositifs les moins stables sont ceux à base de SI-GaAs de CMK (VGF) avec le contact déposé par électroless et par pulvérisation.

Le courant d'obscurité maximal a été relevé pour les détecteurs avec un contact déposé par pulvérisation : une dizaine de micro-ampères pour celui à base de WT VGF et proche de $1\mu\text{A}$ pour les autres. Pour les autres contacts, le courant d'obscurité est compris entre 10 et 100 nA aux tensions maximales de travail.

Les détecteurs à base de SI-GaAs de Freiburger présentent des courants de fuite les plus faibles par rapport aux autres matériaux et ce pour chaque type de contact.

L'ensemble des détecteurs ne présentent pas (ou très peu) d'hystérésis lorsque l'on augmente puis diminue la tension de polarisation. Ce qui démontre une bonne dynamique de nos détecteurs. Dans le pire cas que nous avons observé, nous obtenons la courbe suivante pour le SI-GaAs de WT (VGF) avec un contact Ti/Au évaporé (figure III-11). Le courant d'obscurité est tracé en valeur absolue.

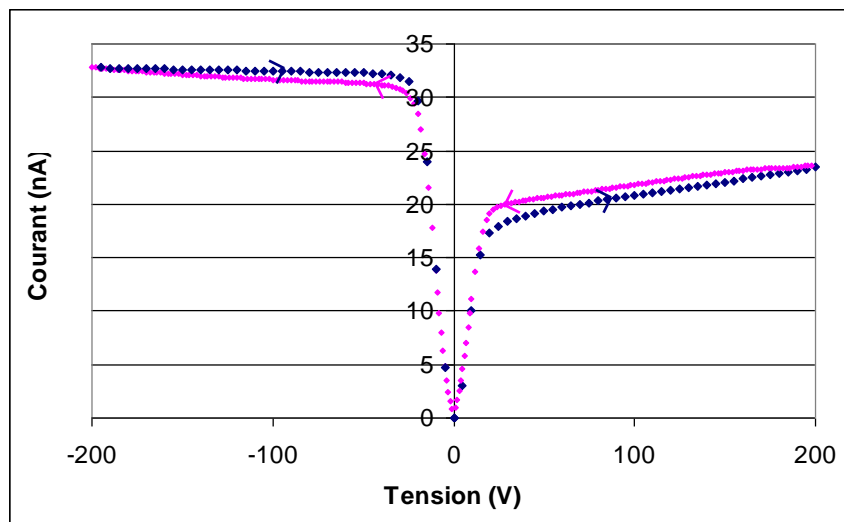


Figure III-11 : Caractéristique I-V pour le SI-GaAs de WT VGF avec un contact Ti/Au évaporé

Les caractéristiques courant-tension ont permis également la détermination de la tension de polarisation maximale applicable pour chaque détecteur. Elle est définie comme la tension maximale pour laquelle le courant d'obscurité reste stable. Nous pouvons diviser nos dispositifs en deux catégories. La première concerne le SI-GaAs de CMK (VGF) avec un contact Ti/Pt/Au par évaporation et ceux de WT avec le contact déposé par pulvérisation. Pour ces détecteurs, la tension maximale applicable est relativement faible (50 et 70 V). La deuxième catégorie concerne les autres matériaux (CMK LEC, Freiburger VGF). Pour eux, la tension de polarisation est plus grande, entre 150 et 200 V.

Ce sont avec ces tensions que nous avons caractérisé nos détecteurs sous irradiation.

Enfin, nous nous sommes intéressés à la différence dans les caractéristiques courant-tension entre les contacts Ti/Pt/Au et Ti/Au déposés par évaporation, afin de voir l'influence de la barrière de diffusion. Globalement, nous n'observons pas de différences importantes pour le même matériau testé. La tendance générale semble être une baisse du courant de fuite de quelques nano-ampères. La *figure III-12* présente les courbes obtenues pour le SI-GaAs de Freiburger, avec le courant tracé en valeur absolue.

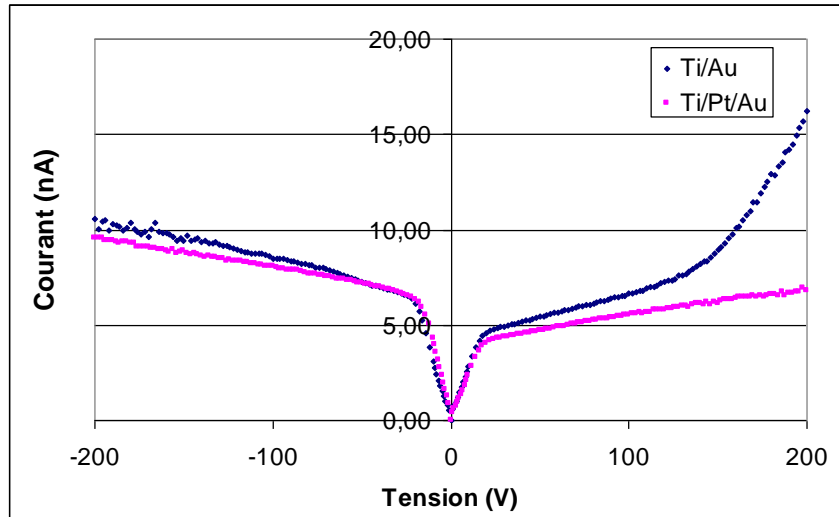


Figure III-12 : Caractéristiques I-V du SI-GaAs de Freiburger avec un contact Ti/Au et Ti/Pt/Au évaporé

Il s'agit du matériau pour lequel la différence entre les deux contacts est la plus marquée. Comme montrés dans la *figure III-10*, les changements de régime dans les deux caractéristiques apparaissent pour les mêmes tensions de polarisation (-20 et 20 V). Pour le contact Ti/Au, une troisième pente apparaît en plus à 140 V. Entre ces deux contacts, l'association Ti/Pt/Au semble donc plus performante en terme de bruit.

2.2.2. Calcul de la densité de courant d'obscurité

La densité de courant d'obscurité est obtenue en divisant le courant par la surface de l'électrode. De part la géométrie testée et la forme du champ électrique qu'elle implique, la surface effective de l'électrode est plus grande que celle du dépôt métallique, nous l'estimons à 0,05 cm² dans notre cas. Le *tableau III-4* résume les densités de courant aux tensions de travail (en polarisation négative) pour l'ensemble de nos dispositifs.

Tableau III-4 : Densités de courant d'obscurité en fonction de la tension de travail pour tous les SI-GaAs testés

	WT LEC	WT VGF	CMK LEC	CMK VGF	Freiberger VGF
Electroless Au			6.10^{-7} A/cm ² @ -100 V	$1,8.10^{-6}$ A/cm ² @ -100 V	$1,9.10^{-7}$ A/cm ² @ -100 V
Pulvérisation Ti/Pt/Au	$5,3.10^{-6}$ A/cm ² @ -50 V	6.10^{-5} A/cm ² @ -50 V	$4,5.10^{-6}$ A/cm ² @ -100 V	7.10^{-6} A/cm ² @ -150 V	$5,5.10^{-6}$ A/cm ² @ -150 V
Evaporation Ti/Au	$2,7.10^{-6}$ A/cm ² @ -200 V	$6,6.10^{-7}$ A/cm ² @ -200 V	$6,7.10^{-7}$ A/cm ² @ -100 V	$9,5.10^{-7}$ A/cm ² @ -200 V	$2,1.10^{-7}$ A/cm ² @ -200 V
Evaporation Ti/Pt/Au	2.10^{-6} A/cm ² @ -200 V	$6,1.10^{-6}$ A/cm ² @ -200 V	$6,2.10^{-7}$ A/cm ² @ -150 V	$6,9.10^{-7}$ A/cm ² @ -70 V	$1,9.10^{-7}$ A/cm ² @ -200 V

Les contacts déposés par pulvérisation (pour l'ensemble des matériaux) et par electroless (pour ceux de CMK) entraînent les densités de courant les plus fortes. Les densités de courant mesurées sont comprises entre 0,2 et 60 μ A/cm², ce qui reste élevé. Ceci est dû à la résistivité moyenne du SI-GaAs et à la grande épaisseur des échantillons testés. Au vu de ces résultats, le contact déposé par évaporation semble le plus performant, sans que nous ayons réussi à distinguer le Ti/Au du Ti/Pt/Au.

Ces résultats nous permettent également de réfléchir au dimensionnement de notre futur détecteur 3D en SI-GaAs. Afin de diminuer le courant d'obscurité, nous devons travailler avec des électrodes rapprochées les unes des autres. Ce qui entraîne d'autres questions sur le bruit lié à l'usinage des électrodes, la connectique, etc. Ces points seront plus discutés dans les chapitres suivants.

2.2.3. Evaluation des résistivités apparentes à tension nulle et aux tensions de travail

Afin de pouvoir comparer plus rigoureusement les échantillons entre eux, l'étape suivante a constitué en la suppression de l'effet de l'épaisseur du matériau.

La résistance d'un système se calcule de la manière suivante :

$$R = \frac{U}{I} = \frac{\rho L}{S} \quad \text{en } \Omega \quad \text{(III-3)}$$

avec U : tension de polarisation
 I : courant
 ρ : résistivité
 L : épaisseur
 S : surface

Ce qui nous donne :

$$\rho = \frac{\frac{U}{L}}{\frac{I}{S}} = \frac{E}{J} \quad \text{en } \Omega.\text{cm} \quad (\text{III-4})$$

avec E : champ électrique
J : densité de courant

Nous avons donc tracé le champ électrique appliqué au détecteur en fonction de la densité de courant d'obscurité mesurée. Ce qui nous donne par exemple la courbe suivante (figure III-13) pour le SI-GaAs de Freiberg avec un contact Ti/Pt/Au obtenu par évaporation.

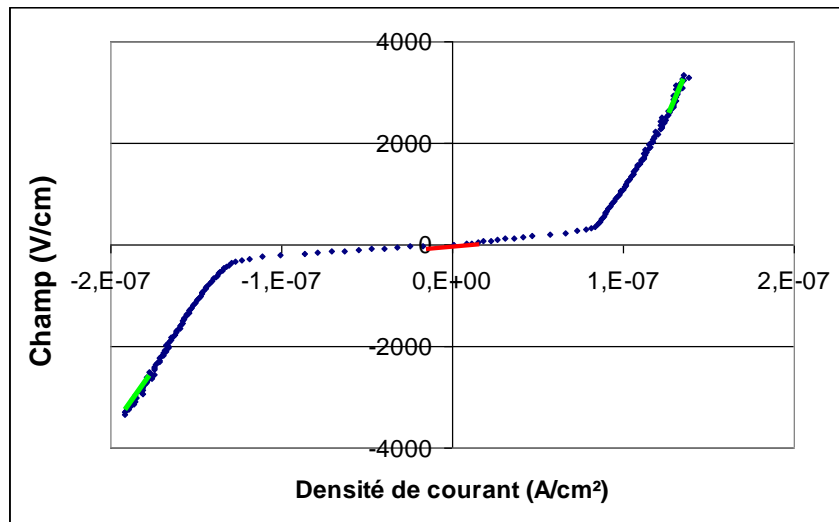


Figure III-13 : Champ électrique en fonction de la densité de courant pour le SI-GaAs de Freiberg avec un contact Ti/Pt/Au évaporé

A partir de ces courbes, nous pouvons extraire les résistivités apparentes à tension nulle (qui pourraient correspondre à la résistivité intrinsèque du matériau) et à la tension de travail. Elles sont obtenues respectivement par la dérivée locale de la courbe à tension nulle (entre -1 et 1 V, segment rouge sur la figure III-12) et à la tension de travail (segments verts).

Le tableau III-5 résume les résistivités calculées à tension nulle pour chaque détecteur.

Tableau III-5 : Résistivité apparente à tension nulle pour l'ensemble des matériaux

	WT LEC	WT VGF	CMK LEC	CMK VGF	Freiberg VGF
Electroless Au			$1.10^9 \Omega.\text{cm}$	$2.10^8 \Omega.\text{cm}$	$9.10^8 \Omega.\text{cm}$
Pulvérisation Ti/Pt/Au	$4.10^7 \Omega.\text{cm}$	$4.10^6 \Omega.\text{cm}$	$8.10^7 \Omega.\text{cm}$	$9.10^7 \Omega.\text{cm}$	$5.10^8 \Omega.\text{cm}$
Evaporation Ti/Au	$9.10^8 \Omega.\text{cm}$	$1.10^9 \Omega.\text{cm}$	$2.10^9 \Omega.\text{cm}$	$1.10^9 \Omega.\text{cm}$	$2.10^9 \Omega.\text{cm}$
Evaporation Ti/Pt/Au	$2.10^9 \Omega.\text{cm}$	$2.10^9 \Omega.\text{cm}$	$2.10^9 \Omega.\text{cm}$	$1.10^9 \Omega.\text{cm}$	$2.10^9 \Omega.\text{cm}$

Trois catégories se distinguent :

- pour les matériaux WT et CMK, avec le contact déposé par pulvérisation, la résistivité apparente à tension nulle moyenne est comprise entre de 4.10^6 et $9.10^7 \Omega.cm$. Ces mesures s'approchent des données fournisseurs pour la résistivité intrinsèque ($>10^7 \Omega.cm$). Pour ces contacts, c'est l'influence du volume du matériau que nous mesurons.
- pour l'ensemble des matériaux avec les contacts déposés par électroless et évaporation, la résistivité moyenne obtenue est de l'ordre de $10^9 \Omega.cm$, soit deux décades supérieures aux données fournisseurs. Cette différence peut s'expliquer par l'effet de la barrière jouant déjà sur le contact tandis que pour les précédents contacts par pulvérisation, on aurait un comportement ohmique localement (entre -1 et $1V$), ce qui permettrait de retrouver la résistivité intrinsèque.
- pour le matériau Freiburger avec le contact déposé par pulvérisation, la résistivité apparente est de $5.10^8 \Omega.cm$. Dans ce cas, deux explications sont possibles. Ce matériau pourrait être plus résistif que les autres, ou bien on pourrait également voir l'effet de la hauteur de barrière et on mesurerait aussi l'influence du contact.

Le tableau III-6 donne les résistivités apparentes calculées aux tensions de travail (en polarisation négative).

Tableau III-6 : Résistivité apparente aux tensions de travail pour l'ensemble des SI-GaAs et contacts testés

	WT LEC	WT VGF	CMK LEC	CMK VGF	Freiburger VGF
Electroless Au			$1.10^{10} \Omega.cm$ @ $-100 V$	$3.10^9 \Omega.cm$ @ $-100 V$	$6.10^{10} \Omega.cm$ @ $-100 V$
Pulvérisation Ti/Pt/Au	$1.10^8 \Omega.cm$ @ $-50 V$	$1.10^7 \Omega.cm$ @ $-50 V$	$5.10^8 \Omega.cm$ @ $-100 V$	$2.10^8 \Omega.cm$ @ $-150 V$	$3.10^9 \Omega.cm$ @ $-150 V$
Evaporation Ti/Au	$1.10^{10} \Omega.cm$ @ $-200 V$	$1.10^{11} \Omega.cm$ @ $-200 V$	$1.10^{11} \Omega.cm$ @ $-100 V$	$2.10^{10} \Omega.cm$ @ $-200 V$	$3.10^{10} \Omega.cm$ @ $-200 V$
Evaporation Ti/Pt/Au	$1.10^{10} \Omega.cm$ @ $-200 V$	$3.10^{10} \Omega.cm$ @ $-200 V$	$5.10^{10} \Omega.cm$ @ $-150 V$	$2.10^{10} \Omega.cm$ @ $-70 V$	$1.10^{11} \Omega.cm$ @ $-200 V$

Ces résistivités apparentes nous renseignent sur la qualité du contact aux tensions de travail. Une fois encore, le contact par pulvérisation implique les résistivités apparentes les plus faibles. Pour les autres contacts, les résistivités sont comprises entre 10^{10} et $10^{11} \Omega.cm$.

Ces résultats sont encourageants car, au vu des forts courants d'obscurité mesurés, nous nous attendions à des résistivités plus faibles. Ce qui montre bien que nous pouvons espérer fortement réduire le courant d'obscurité en améliorant la géométrie du détecteur.

Les caractérisations électriques nous ont permis de classer dans un premier temps les matériaux et les contacts. Au niveau des matériaux, le SI-GaAs de Freiburger se démarque avec un plus faible courant de fuite et une grande résistivité. Au contraire, ceux fournis par WT sont moins stables.

Le contact par pulvérisation, en dégradant la surface du matériau, entraîne un courant plus élevé. Le contact par électroless nécessite une surface rugueuse pour adhérer au matériau. Les contacts par évaporation fournissent un courant stable, et l'association Ti/Pt/Au amène un courant plus faible que le Ti/Au.

La suite des caractérisations devrait nous permettre de poursuivre notre sélection matériau / contact.

3. Mesures en intégration

Même si notre objectif est de réaliser un détecteur fonctionnant en mode comptage des photons, la caractérisation en intégration reste intéressante. Ces mesures nous permettent de vérifier le comportement de nos dispositifs (stabilité sous flux de rayons X) et nous renseignent sur les paramètres physiques du semi-conducteur, tel que ses propriétés de transport des charges.

3.1. Dispositif expérimental

La mesure du photocourant, ou de la charge induite par l'absorption des photons incidents, s'effectue selon le dispositif présenté en figure III-14.

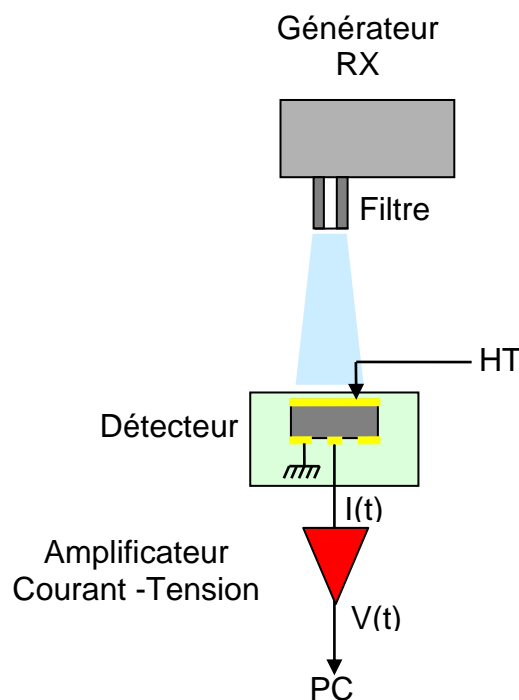


Figure III-14 : Schéma de principe de la mesure du photocourant par intégration

Le générateur de rayons X (EMD Technologies CPX380, avec une anode composite Re-W-Mo), placé à 1 m de l'échantillon et filtré avec 23,5 mm d'aluminium, envoie une série de 10 tirs sur le détecteur. Le filtre coupe les basses énergies (jusqu'à 9 keV). En résulte alors un train d'impulsions de courant, transformé ensuite en impulsions de tension à l'aide d'un amplificateur courant-tension KEITHLEY 428 (gain jusqu'à 10^{10} V/A et filtre de 10 μ s) et enfin numérisé avec une carte National Instrument PCI-6115.

Les paramètres du générateur (tension de polarisation de 70 kV, courant de 10 et 100mA, et durée des impulsions) sont choisis afin d'obtenir des doses typiques en radiographie X. Dans notre cas, nous avons travaillé avec deux doses : 0,8 μ Gy, qui correspond à une dose typique en mode fluoroscopie, et 2,34 μ Gy qui correspond à une faible dose en mode radioscopie. L'énergie moyenne du spectre est de 50 keV. Chaque impulsion dure 10 ms et le temps d'intégration est de 15 ms par impulsion.

Tous les résultats présentés dans la suite sont obtenus avec nos échantillons polarisés à leurs tensions de travail, déterminées par les caractéristiques courant-tension.

3.2. Analyse des résultats

3.2.1. Comportement des détecteurs sous irradiation de rayons X

Avant de détailler la sensibilité pour chaque détecteur sous irradiation X, nous allons d'abord faire quelques commentaires généraux sur les créneaux de tension mesurés. Dans le cas d'un détecteur parfait, suite à un tir de rayons X, un signal en créneau est mesuré. Ce signal prend immédiatement sa valeur maximale (qui correspond à l'énergie des photons X absorbés) et redescend à une valeur nulle à la fin du tir.

Les détecteurs avec un contact or déposé par electroless présentent un signal bruité. Pour les trois matériaux testés, nous avons mesurés des pics de tension, et non des créneaux, comme montré dans la *figure III-15* pour le SI-GaAs de CMK (VGF) avec la dose de 0,8 μ Gy.

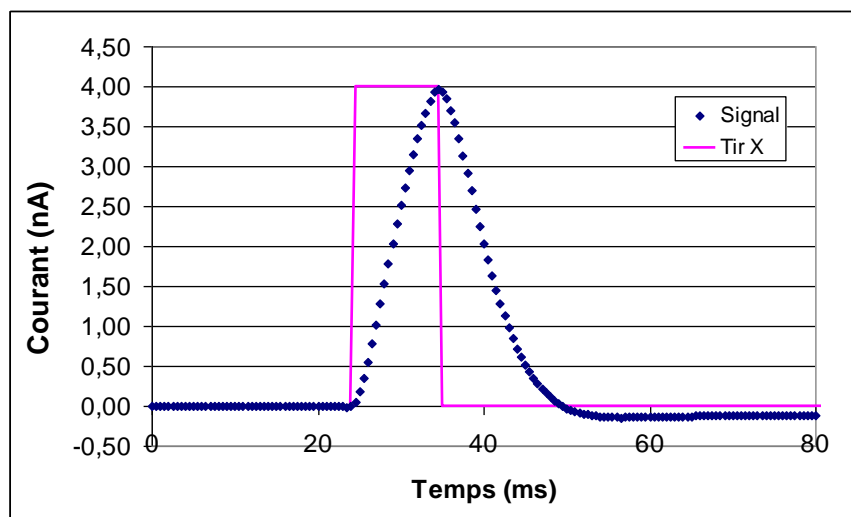


Figure III-15 : Signal mesuré par intégration pour le SI-GaAs de CMK VGF avec un contact or déposé par electroless

Le signal n'atteint son maximum qu'à la fin du tir X. et présente donc un temps de montée égal à la durée de l'impulsion.

Pour le contact déposé par pulvérisation, plusieurs cas ont été constatés. Nous n'avons pas obtenu de signal pour les détecteurs à base de matériaux fournis par CMK (LEC et VGF). Pour celui de WT (LEC), la réponse est extrêmement bruitée. Enfin, pour les SI-GaAs de WT (VGF) et Freiburger, nous avons mesuré une charge supérieure à la charge incidente. Ce gain du photocourant est dû à un phénomène d'injection des porteurs majoritaires du contact métallique vers le semi-conducteur sous irradiation de rayons X. La présence de ces porteurs modifie localement le champ électrique et entraîne le gain. Dans notre cas, ce comportement est gênant, car il n'est ni stable ni reproductible.

Le matériau de Freiburger présente également, pour tous les autres contacts, un grand temps de montée et de descente. La *figure III-16* montre un créneau de tension obtenu avec un contact Ti/Pt/Au déposé par évaporation et avec la dose de 2,34 μGy .

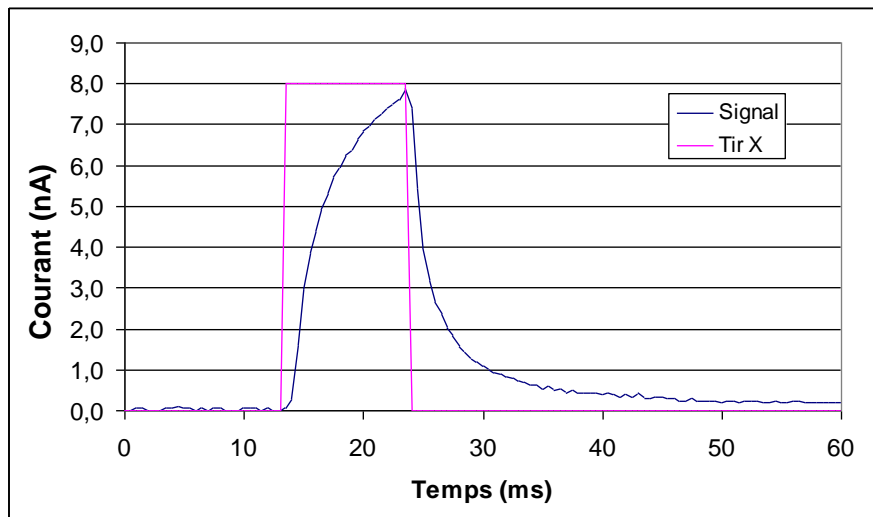


Figure III-16 : Signal mesuré par intégration pour le SI-GaAs de Freiburger avec un contact Ti/Pt/Au évaporé

Dans ce cas, les charges sont piégées dans le matériau (le signal n'atteint pas de plateau à son maximum) puis se dépiègent (on observe une longue trainée après la fin de l'impulsion de rayons X). Des données précédentes, nous avons extrait le temps de descente du signal (qui correspond au temps de dépiégeage), en calculant le logarithme népérien du courant qui varie en fonction de $-\frac{t}{\tau}$ avec τ , constante de temps. La *figure III-17* présente cette courbe.

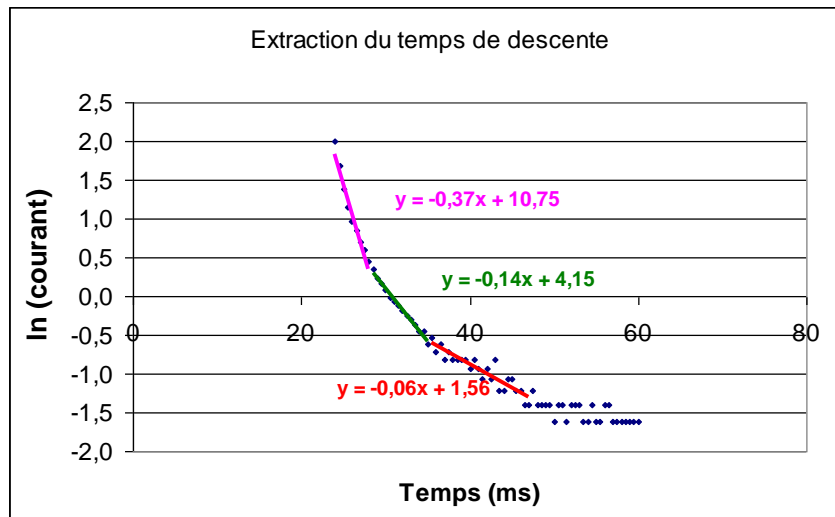


Figure III-17: Extraction de la constante de dépiégeage pour le détecteur à base de SI-GaAs Freiburger avec un contact Ti/Pt/Au évaporé

Théoriquement, nous devrions avoir une droite, ce qui n'est pas notre cas. On trouve trois régimes quasi-linéaires. Pour chaque, nous calculons un ajustement linéaire, qui nous permet d'obtenir la pente. En additionnant les trois constantes de temps, nous obtenons un temps de descente de 30 ms. La trainée est rédhibitoire pour le système d'imagerie (présence d'une image fantôme quand on réalise une autre image).

Les contacts Ti/Pt/Au et Ti/Au déposés par évaporation entraînent peu de différences pour les détecteurs. Les matériaux fournis par CMK et WT donnent les créneaux se rapprochant le plus du cas idéal. La *figure III-18* présente les créneaux mesurés, que nous avons superposés, pour le détecteur WT (LEC) avec un contact Ti/Au évaporé, pour la dose de 2,34 μGy .

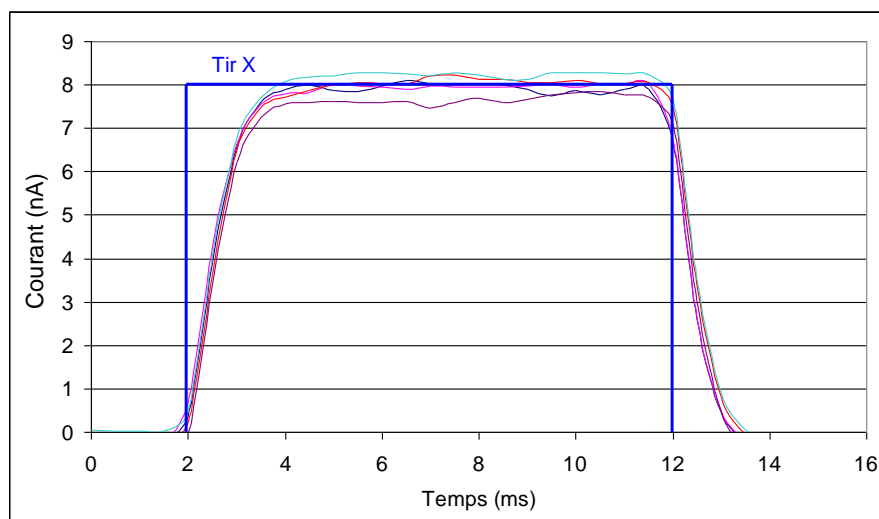


Figure III-18 : Signal mesuré par intégration pour le SI-GaAs de WT LEC avec un contact Ti/Au évaporé

Cette figure prouve la répétabilité du signal mesuré pour l'ensemble des impulsions de rayons X. Le phénomène de piégeage / dépiégeage des charges est moins marqué que pour le matériau de Freiberg (trainée de 2 ms).

La *figure III-19* montre les créneaux de tension obtenus pour les deux doses testées pour le détecteur à base de SI-GaAs de CMK (LEC) avec un contact Ti/Au.

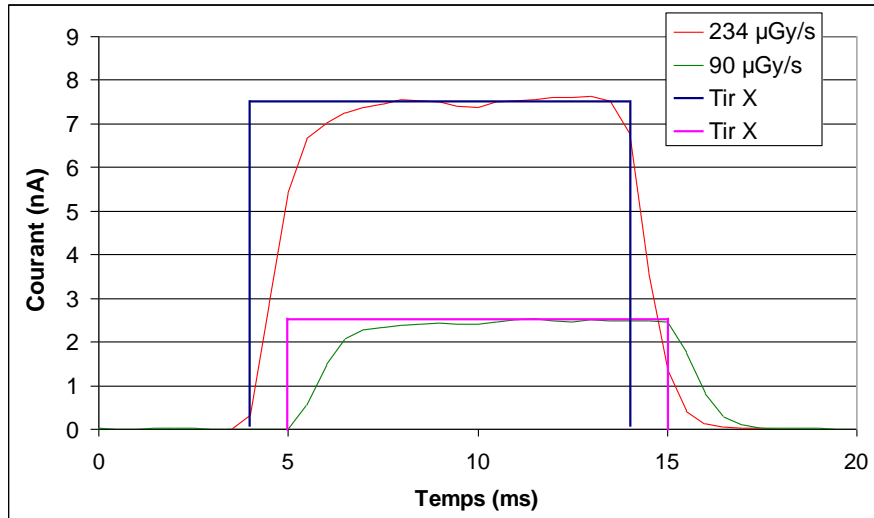


Figure III-19 : Signal mesuré par intégration pour le SI-GaAs de CMK LEC avec un contact Ti/Au évaporé

Le rapport entre les deux hauteurs de créneaux est de 3. Ce qui est proche du rapport entre les deux doses testées (2,6). Pour ce détecteur, nous estimons le temps de montée et de descente du créneau à 3 ms. Nous observons également dans ce cas le piégeage et dépiégeage des charges.

Ces différents résultats nous montrent la bonne dynamique de ces détecteurs sous irradiation X.

3.2.2. Calcul de la sensibilité des détecteurs

Nous nous sommes enfin intéressés à la sensibilité de nos détecteurs, que nous donnerons en fraction de la charge mesurée par rapport à la charge incidente (en pourcentage). Avant de résumer nos résultats, nous allons détailler ce calcul de sensibilité.

Pour chaque matériau, nous calculons le spectre absorbé pendant le temps d'intégration, à l'aide des sections efficaces d'absorption du GaAs et de l'épaisseur. Ce qui nous donne par exemple la *figure III-20* pour la dose de 2,34 µGy et le SI-GaAs de Freiberg (épaisseur de 600 µm).

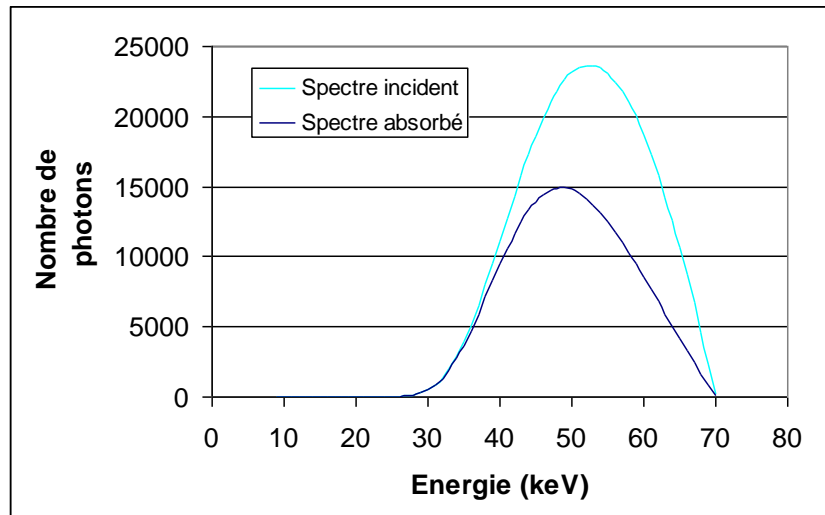


Figure III-20 : Spectre absorbé par le détecteur à base de SI-GaAs de Freiberg et Spectre incident pour une dose de 2,34 μGy

Les paramètres du générateur nous fournissent la dose envoyée, le flux de photons par dose et l'énergie moyenne absorbée.

A l'aide de toutes ces données et à partir du courant mesuré, nous obtenons la sensibilité qui est égale à :

$$\eta = \frac{It}{Xi_{ratio} S.dose.Abs \frac{Emoy}{E_{création-paire}} q} * 100 \quad \text{(III-5)}$$

avec : t = temps d'intégration (15 ms)

Xi_{ratio} = fluence de photons X incidents par unité de dose
(31 800 $\text{mm}^2\mu\text{Gy}^{-1}$)

S = surface de l'électrode (0,05 cm^2)

Abs = coefficient d'absorption calculé à partir des sections efficaces d'absorption et de l'épaisseur de l'échantillon

[Internet @ 6]

$Emoy$ = énergie moyenne du spectre X (51,9 keV)

$E_{création-paire}$ = 4,2 eV pour le GaAs

q = charge de l'électron

Le tableau III-7 donne les sensibilités calculées pour la dose de 2,34 μGy .

Tableau III-7 : Sensibilité en % de la charge incidente pour une dose de 2,34 μGy

	WT LEC	WT VGF	CMK LEC	CMK VGF	Freiberger VGF
Electroless Au			1%	8%	2%
Pulvérisation Ti/Pt/Au	2%	gain en photocourant	pas de signal	pas de signal	gain en photocourant
Evaporation Ti/Au	20%	21%	29%	18%	11%
Evaporation Ti/Pt/Au	21%	24%	21%	22%	16%

Nous ne mesurons en moyenne que 19% de la charge induite par l'absorption des photons incidents. Ceci peut être expliqué par un fort piégeage des charges dans le matériau et/ou par une faible zone de déplétion dans le détecteur.

3.2.3. Estimation de la longueur de la zone sensible dans le détecteur

Nous avons essayé d'estimer la longueur de la zone de déplétion. La méthode décrite dans les paragraphes suivants ne nous permet pas de calculer précisément la longueur de la zone de déplétion. En effet, nous ne prenons pas en compte, dans notre calcul, la présence des pièges dans le matériau, qui est alors considéré comme parfait. Nous extrayons de nos mesures la longueur d'une zone équivalente de matériau (ou zone sensible).

Pour cela, nous avons calculé, de manière théorique, la charge attendue (en C) après l'absorption des photons par le SI-GaAs selon l'équation suivante :

$$C = \frac{q}{E_{\text{création-paire}}} \int N_{\text{photon}}(E) E (1 - e^{-\mu(E)d}) dE \quad (\text{III-6})$$

Avec : q = charge de l'électron

$E_{\text{création-paire}} = 4,2 \text{ eV}$ pour le GaAs

N_{photon} = nombre de photons incidents par unité d'énergie (figure III-20)

E = énergie du photon (entre 0 et 70 keV)

μ = section efficace d'absorption [Internet @ 6]

d = épaisseur de semi-conducteur

La figure III-21 présente la charge attendue en fonction de l'épaisseur du SI-GaAs.

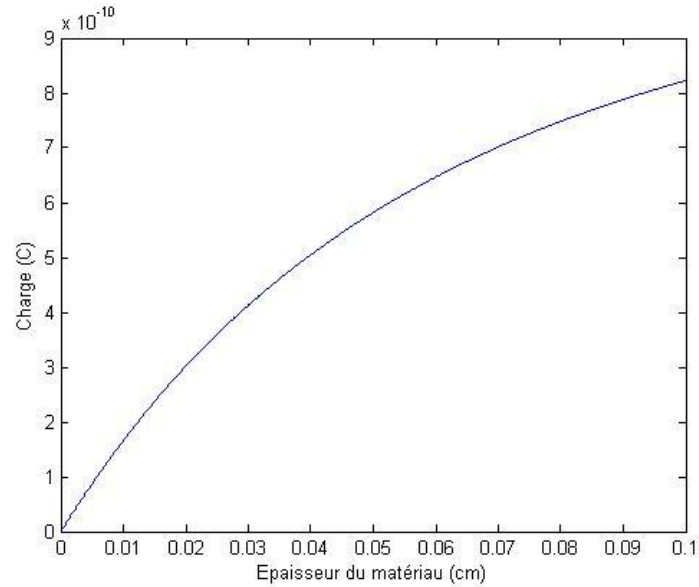


Figure III-21: Charge attendue en fonction de l'épaisseur de GaAs (entre 0 et 1 mm)

On tend vers une saturation de la courbe, et donc de la charge absorbée, à partir de 3 mm de GaAs, ce qui est cohérent avec le spectre incident (voir *figure II-1*, 3 mm de GaAs est nécessaire pour stopper 90 % des photons de 70 keV).

Avec les meilleurs de nos échantillons, nous avons mesuré une charge comprise entre 0,08 et 0,1 nC (en prenant en compte les différentes épaisseurs des matériaux), alors qu'une charge de 0,5 à 0,65 nC était attendue. La *figure III-22* est un zoom de la *figure III-21* permettant de reporter nos valeurs de charge mesurée.

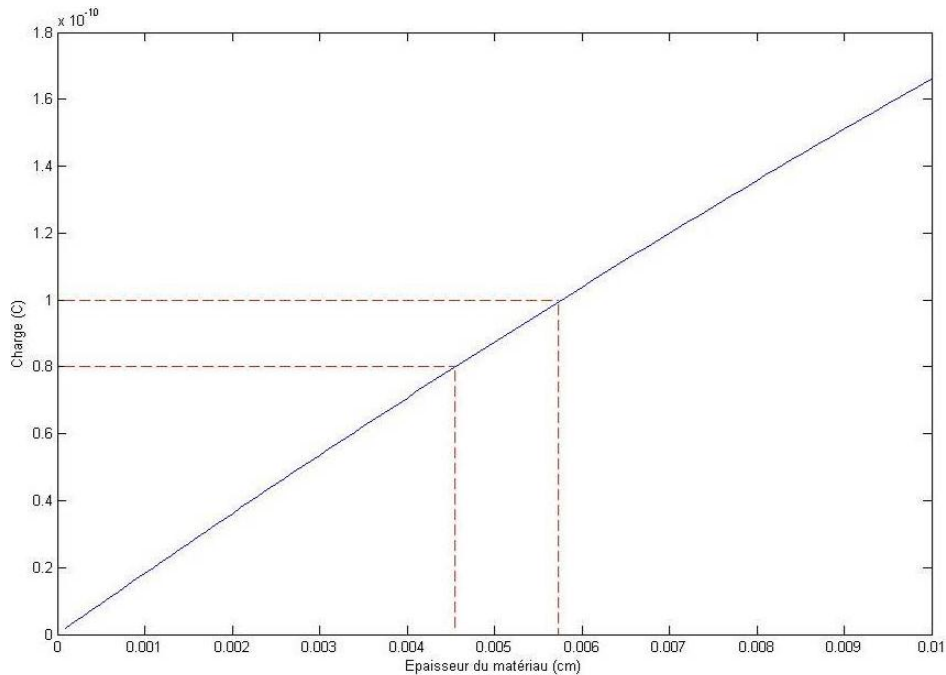


Figure III-22 : Charge attendue en fonction de l'épaisseur de GaAs (entre 0 et 100 μm)

En reportant nos valeurs de charge mesurée sur la courbe précédente, nous pouvons donc extraire la longueur de la zone équivalente de nos échantillons, soit 45 à 57 μm (pour une épaisseur de SI-GaAs comprise entre 400 et 600 μm). La longueur estimée de la zone de déplétion est, au minimum, égale à cette valeur.

Afin de vérifier ces résultats, des mesures du champ électrique par effet pockels et de la caractéristique capacité-tension pourraient être faites.

Les mesures par intégration nous permettent donc de réfléchir au dimensionnement de nos futurs détecteurs 3D. Afin que le détecteur soit entièrement déplété entre ses électrodes, le pas des électrodes devra être de l'ordre de 60 μm .

Ces différents résultats nous montrent enfin que le SI-GaAs n'est pas utilisable en l'état en intégration (pour cette géométrie de détection et cette énergie).

4. Tests sous irradiation gamma

Les mesures en intégration sous X à 50 keV ont révélé la faible zone sensible de nos échantillons (avec cette géométrie) et leur faible efficacité.

Dans un second temps, nous avons voulu regarder le signal issu du détecteur sous irradiation de photons γ et vérifier si les détecteurs comptaient des photons. Pour cela, nous avons utilisé une chaîne de mesure γ , avec une électronique de lecture constituée d'un préamplificateur de charge (avec un gain de 12 mV/fC) et d'une mise en forme (temps de filtrage de 1 μs) et de deux sources γ : ^{241}Am et ^{57}Co (afin de tester deux énergies différentes). Les échantillons sont polarisés à la tension de travail définie par les caractérisations courant-tension. Le signal est ensuite directement observé sur un oscilloscope.

Ces mesures nous permettent une sélection rapide des détecteurs qui réagissent à l'irradiation γ ou pas. Le *tableau III-8* résume nos observations.

Tableau III-8 : Résumé des résultats en comptage sous irradiation gamma

	WT LEC	WT VGF	CMK LEC	CMK VGF	Freiberger VGF
Electroless Au			Pas de comptage	Pas de comptage	Comptage
Pulvérisation Ti/Pt/Au	Pas de comptage	Pas de comptage	Pas de comptage	Pas de comptage	Comptage
Evaporation Ti/Au	Comptage	Comptage	Comptage	Comptage	Comptage
Evaporation Ti/Pt/Au	Pas de comptage	Pas de comptage	Comptage	Comptage	Comptage

Les remarques suivantes concernent les détecteurs qui comptent des photons.

Nous n'avons pas observé de grandes différences dans les signaux issus des différents matériaux et contacts. L'amplitude des crêneaux mesurés varie bien en fonction de l'énergie des photons. Cependant, elle reste faible. Nous avons obtenu une amplitude de 15-20 mV pour des photons de 122 keV (^{57}Co). Avec cette énergie, dans le cas idéal, on devrait mesurer une charge de 5 fC (voir équation III-6) et notre chaîne de mesure est calibrée avec un gain de 12 mV/fC. On ne mesure donc que 25 à 35% de la charge totale déposée. La faible efficacité de nos détecteurs ne nous permet pas d'obtenir des spectres des sources utilisées.

Conclusion

L'objectif de notre étude sur le SI-GaAs en structure planaire était de choisir un matériau et un contact permettant, entre autre, le comptage des photons afin d'être utilisés par la suite en géométrie 3D.

Les matériaux testés sont ceux dont la capacité à détecter des photons a été montrée par l'étude bibliographique (WT, CMK et Freiburger). Nous avons ainsi montré, au cours de nos différentes caractérisations, les disparités entre les fournisseurs et les croissances. En ce qui concerne les électrodes, nous nous sommes concentrés sur la réalisation de contacts Schottky, avec un dépôt de métaux. Les contacts suivants ont été testés : Au par électroless, Ti/Pt/Au par pulvérisation et par évaporation, Ti/Au par évaporation.

La détermination des caractéristiques courant-tension nous a montré l'existence d'une forte densité de courant de fuite (entre 0,2 et 60 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$), qui résulte de la géométrie planaire non optimisée pour le SI-GaAs (grandes épaisseurs). Cependant, des résistivités apparentes de l'ordre de $10^{10} \Omega\cdot\text{cm}$ aux tensions de travail nous laissent penser que nous pouvons réduire ce bruit, en réduisant notamment la distance entre les électrodes.

Le dépôt par pulvérisation entraîne les plus grandes densités de courant. Mais c'est une méthode à ne pas négliger pour les détecteurs 3D car elle est susceptible de déposer le contact sur les flancs des trous.

Le matériau fourni par Freiburger avec une croissance VGF et les contacts déposés par electroless et évaporation donne les plus faibles densités de courant d'obscurité.

Afin d'améliorer les contacts, il serait enfin intéressant de tester l'alliage eutectique NiGeAu. Ce dernier semble fournir un contact ohmique en étant déposé par évaporation et est utilisé dans la littérature en contact symétrique ou non symétrique (Schottky sur une face et ohmique sur l'autre).

Les mesures du photocourant par intégration nous ont prouvé la présence de pièges dans le SI-GaAs ainsi que la difficulté à dépléter complètement le détecteur (estimation de la longueur de la zone de déplétion de l'ordre de 60 μm). Ces résultats nous renforcent dans l'idée que la réalisation d'un bon contact Schottky sur ce semi-conducteur est délicate et que ce matériau n'est pas utilisable en l'état en intégration pour la radiographie X (énergie moyenne de 50 keV) : il faudra rapprocher les électrodes de la géométrie 3D pour être plus efficace.

Par ailleurs, avec nos mesures sous irradiation γ , nous avons démontré qu'il était possible de compter des photons avec certains de nos détecteurs et en fonction des contacts.

De ces différents résultats, le SI-GaAs de Freiburger (VGF) apparaît comme le meilleur matériau pour poursuivre en 3D. Le contact déposé par évaporation se démarque également, mais il reste à tester pour un dépôt sur les flancs des trous en géométrie 3D.

Des caractérisations supplémentaires, telles que la mesure des caractéristiques capacité-tension afin de déterminer plus précisément la longueur de la zone de déplétion ou des propriétés de transport (mesure par temps de vol α) permettraient d'aller plus loin dans l'étude du couple matériau / électrodes. De même, en réduisant l'épaisseur du matériau et la dimension des électrodes, nous pourrions essayer d'estimer les performances maximales que l'on peut attendre de notre matériau.

Toutes ces études sont à faire mais, dans le cadre de cette thèse, notre priorité reste la réalisation d'un détecteur 3D.

Chapitre IV

Caractérisations de l'usinage par laser nanoseconde des électrodes pour les détecteurs 3D

1. Etat de l'art des techniques de micro-usinage des semi-conducteurs	112
2. Description du banc d'usinage laser	120
3. Démonstration de la faisabilité de l'usinage par laser nanoseconde	123
3.1. Usinage d'un grand rapport d'aspect et d'un grand nombre de trous	124
3.2. Usinage du GaAs.....	127
4. Recherche d'une zone affectée thermiquement dans le GaAs après usinage laser	130
4.1. Analyse topographique et chimique	131
4.2. Analyse cristallographique	132
5. Essai pour réduire la conicité	134
5.1. Variation de la forme des trous en fonction de la puissance laser et du nombre d'impulsions laser	134
5.2. Influence d'une gravure chimique.....	139
6. Connexion du détecteur 3D au circuit électronique.....	143
6.1. Connexion via l'insertion de fils métalliques.....	143
6.2. Connexion via le remplissage des trous par un métal liquide	144
Conclusion.....	145

En parallèle de l'étude du GaAs semi-isolant, nous avons travaillé sur la réalisation de nos détecteurs 3D. Un des points essentiels de cette fabrication réside en l'usinage des électrodes, qui doivent traverser toute l'épaisseur du matériau semi-conducteur. Ce chapitre portera sur l'étude de cet usinage.

Plusieurs problématiques se posent alors : quelle technique à utiliser pour percer toute l'épaisseur choisie et avec un diamètre de trous précis, quelles sont les conséquences de cet usinage sur le matériau, etc.

Dans le cadre de cette thèse, l'usinage laser a été choisi car nous voulons graver une grande épaisseur de semi-conducteur (supérieure à 500 μm) et nous cherchons une méthode indépendante du matériau.

Dans ce chapitre, nous commencerons par présenter un bref état de l'art sur les différentes méthodes d'usinage envisagées, à savoir usinages mécanique, chimique, plasma et laser. Nous détaillerons ensuite le protocole utilisé pour l'usinage laser et les premiers essais réalisés afin de vérifier la faisabilité d'un tel usinage sur un semi-conducteur. Nous présenterons également l'étude sur la recherche de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) par le laser dans un échantillon de SI-GaAs ainsi que les différents tests afin de réduire la forte conicité des trous causée par le laser. Enfin, la dernière partie montrera les deux tentatives de connectique des électrodes vers un circuit électronique.

1. Etat de l'art des techniques de micro-usinage des semi-conducteurs

Les perspectives de ces travaux de thèse ont pour but le développement d'un détecteur pour la radiographie X (soit une surface maximale de 43x43 cm^2). La technique d'usinage devra être capable de graver un grand rapport d'aspect (supérieur à 50 : 1, le rapport d'aspect étant le rapport entre la profondeur du trou, dans notre cas l'épaisseur du semi-conducteur, et le diamètre du trou). Elle devra traverser une épaisseur de semi-conducteur de l'ordre de 1 mm (pour avoir une bonne efficacité d'absorption des photons, voir chapitre II) avec un diamètre de trou de 10-20 μm . La méthode d'usinage devra aussi percer un grand nombre de trous. Par exemple, pour une surface de 40x40 cm^2 et un pas de 100 μm (moyenne en radiographie), cela donne 16 millions de trous. Dans le cas des prototypes réalisés dans ces travaux, nous visons des dimensions plus raisonnables : rapport d'aspect de 5 : 1 et usinage d'une dizaine de trous.

Dans les paragraphes suivants, nous décrirons sommairement les différentes méthodes de micro-usinage envisagées. Pour rappel, le choix de cette méthode s'est effectué en parallèle de celui du semi-conducteur pour nos détecteurs 3D. Nous nous sommes orientés par conséquent vers une technique indépendante du matériau.

Plusieurs critères rentrent en compte dans la sélection de la méthode d'usinage :

- elle doit permettre l'obtention du rapport d'aspect le plus grand possible.
- elle ne doit pas entraîner, ou peu, de dégradation sur la surface du matériau et sur les flancs des trous.

- la forme des trous doit être répétable.

Dans un deuxième temps, la vitesse de l'usinage, la capacité à usiner un grand nombre de trous ou encore la possible industrialisation du procédé sont également des critères à considérer, une fois que la preuve de la faisabilité de notre système sera faite.

Usinage mécanique

L'usinage mécanique s'effectue avec un foret. Les diamètres les plus petits se trouvent pour le domaine de l'horlogerie et sont de l'ordre de 30-50 μm . Le micro-perçage risque d'endommager considérablement la surface du semi-conducteur (écrouissage, échauffement thermique).

Usinage chimique

La gravure chimique, dite humide, consiste à plonger le substrat dans une solution qui va attaquer chimiquement le matériau. Le plus souvent, on choisit un acide, par exemple : acide fluorhydrique pour le Si et acide chlorhydrique ou citrique pour le GaAs. Il s'agit d'une méthode facile à mettre en œuvre. Sa vitesse dépend de la nature chimique de la solution et du substrat à graver (de 0,01 à 35 $\mu\text{m}/\text{min}$). La solution est sélective au niveau matériau. Le point faible de cette technique est sa forte isotropie : elle grave dans toutes les directions, ce qui entraîne un profil semi-sphérique. L'usinage chimique ne nous semble pas recommandé pour la gravure des électrodes pour la géométrie 3D.

Gravure sèche

La gravure par plasma est une gravure physique, typique de ce que l'on nomme gravure sèche. Elle repose sur le bombardement de la surface à graver par les ions issus du plasma (typiquement dioxygène et argon). C'est une méthode anisotrope et dépendante du matériau. Sa vitesse de gravure est faible (rendement inférieur à 1 $\mu\text{m}/\text{min}$), l'usinage par plasma dégrade fortement la surface du matériau.

D'autres méthodes de gravure sèche, telles que la gravure par ions réactifs (ou Reactive Ion Etching, RIE) et la gravure par plasma induit par haute fréquence (ou Inductively Coupled Plasma etching, ICP), reposent sur un principe similaire à la gravure par plasma, avec un gaz chimiquement actif ou en ajoutant un composé chimiquement actif à un gaz porteur (typiquement de l'argon). Dans ces cas, le plasma réagit physiquement et chimiquement avec la surface du matériau à usiner. Ces techniques combinent donc les avantages des usinages chimiques et par plasma. Elles sont notamment étudiées pour l'usinage de micro-structures dans les semi-conducteurs (Si, GaAs, InP) pour des applications en micro-électronique (circuit intégré) et en optoélectronique (guide d'onde, cavités, cristaux photoniques). De manière générale, plusieurs paramètres sont analysés afin de permettre l'amélioration constante des systèmes au niveau du taux de gravure, de l'état de surface et de l'anisotropie des structures. Ces paramètres concernent la composition du plasma (ratio des espèces), la polarisation des électrodes qui influe que la densité du plasma et le flux d'ions, et la pression

à l'intérieur du système. Enfin, ces techniques nécessitent l'utilisation d'un masque pour définir un motif, ce qui rend primordial le critère de sélectivité des espèces chimiques du plasma.

Dans le cas de la RIE, le plasma est généré à basse pression par un champ électrique. Dans le cas de la gravure du GaAs (ou de composés), les gaz utilisés sont à base de Cl. La RIE permet un usinage uniforme et anisotrope. On relève des taux de gravure compris entre 2 et 15 $\mu\text{m}/\text{min}$. Le procédé Bosch, où l'on alterne une phase de gravure et une phase de passivation, est celui généralement employé. Pour les rapports d'aspects les plus élevés, on parle de Deep Reactive Ion Etching (DRIE). Cependant, la DRIE limite le rapport d'aspect à 20 : 1 [Kok, 2009], avec une profondeur de trous entre 100 et 300 μm . A notre connaissance, cela n'a pas été prouvé au-delà.

La gravure ICP utilise deux sources de radiofréquence pour induire le plasma d'atomes ionisés et accélérer les espèces réactives du plasma vers l'échantillon à graver. D'après la littérature [Combrié, 2005], la technique ICP permet d'avoir un meilleur contrôle de la densité de plasma et de l'énergie des ions, ce qui augmente le taux de gravure et réduit les défauts cristallins causés par la gravure. Différents gaz sont utilisés en fonction des matériaux à graver. Des études ont montrés que l'emploi d'hydrocarbures n'est pas conseillé car il entraîne la formation de polymères sur la surface de l'échantillon. Dans son article de 2005 [Combrié, 2005], Combrié propose une étude sur la gravure de structures dans du GaInP par ICP avec du Cl_2 / N_2 . Il utilise un masque en SiO_2 de 400 nm, sur lequel le motif a été gravé par RIE. Il obtient ainsi des structures de 250 nm de diamètre et de 3 μm de profondeur, avec un taux de gravure de 500 - 600 nm/min. Rawal [Rawal, 2008] étudie quant à lui une gravure ICP par $\text{Cl}_2 / \text{BCl}_3$ pour usiner des trous avec un diamètre de 60 μm dans du GaAs de 200 μm d'épaisseur. Il utilise un masque en photorésine de 24 μm d'épaisseur. Il mesure une diminution du taux de gravure qui passe de 7 $\mu\text{m}/\text{min}$ à 3,9 $\mu\text{m}/\text{min}$ en 45 min. Le taux de gravure diminue avec la profondeur de matériau gravé, il vaut en moyenne 6 $\mu\text{m}/\text{min}$ sur les premiers 100 μm . Dans son article de 2010 [Rawal, 2010], il étudie la gravure ICP du GaAs par $\text{Cl}_2 / \text{BCl}_3 / \text{Ar}$. Il réalise des trous de 50 μm de diamètre et profond de 200 μm . Il compare avec des résultats similaires en RIE et constate un meilleur état de surface, une forme des trous plus uniforme et un taux de gravure plus rapide pour un même profil obtenu par les deux méthodes. Toujours avec l'association de gaz $\text{Cl}_2 / \text{BCl}_3 / \text{Ar}$, Volatier [Volatier 2010] étudie la gravure de l'AlGaAs. Il utilise un masque en SiO_2/Cr , gravé par photolithographie. Il réalise des micro-structures avec un diamètre de 80 nm et une profondeur de 2,6 μm et mesure un taux de gravure entre 0,5 et 1,5 $\mu\text{m}/\text{min}$. Il montre l'importance de l'étape de passivation, qui permet notamment de nettoyer la surface et d'améliorer la stabilité mécanique de l'échantillon gravé. Golka [Golka, 2009] propose la gravure du GaAs par l'association $\text{SiCl}_4 / \text{N}_2 / \text{O}_2 / \text{N}_2$. Les phases de N_2 sont présentes pour éviter la contamination chimique entre les deux gaz. Il utilise un masque en SiN_x de 400 nm d'épaisseur structuré par un plasma CHF_3 et réalise des micro-structures avec un diamètre d'environ 1 μm et une profondeur de 17 μm . Il mesure un taux de gravure entre 300 et 800 nm/min.

Des limites existent pour la gravure par RIE ou ICP. Le taux de gravure dépend de la réactivité chimique de la surface à graver, et donc de la capacité du plasma à dissocier les espèces, et de mécanismes physiques de pulvérisation qui permettent aux espèces de partir de

la surface. La sélectivité des espèces du plasma est également importante pour ne pas graver le masque ou les électrodes métalliques déposées dans le cas des circuits intégrés. De plus, le taux de gravure doit être suffisamment grand pour que le masque utilisé ne se dégrade pas. Le phénomène de diminution du taux de gravure avec l'épaisseur de matériau est aussi un point bloquant. Ce phénomène pourrait provenir d'une redéposition du matériau gravé sur les bords de la structure et de la pulvérisation du masque dans les structures. Cela restreint les épaisseurs de matériaux usinables avec un masque (de l'ordre de 100-200 μm). Un deuxième effet de ces gravures a été observé. Il s'agit d'un élargissement des structures selon la profondeur, qui peut être causé par une gravure plus importante dans ces zones par les ions bombardés et les ions réfléchis par les parois de la structure. Enfin, les gravures par ICP et RIE sont des méthodes très dépendante du matériau, chères et dont l'accès aux systèmes est difficile.

D'autres méthodes de gravure, beaucoup plus prospectives, peuvent également être citées dans cet état de l'art. La gravure par faisceau d'ions assisté chimiquement (CAIBE) est étudiée pour la gravure de cristaux photoniques. Avec l'association Ar / Cl₂, Berrier [Berrier, 2008] et Shahid [Shahid, 2011] réalisent des micro-structures dans du InGaAsP, avec un diamètre de 100-300 μm et une profondeur de quelques micromètres. Cette technique ne semble pas, pour le moment, très répétable. Menzel [Menzel, 2011] propose la gravure du GaAs par un faisceau de protons (à 2,2 MeV) et d'ions H₂⁺ (à 1,125 MeV). Le faisceau entraîne la création de défauts que Menzel enlève par attaque électrochimique en plongeant son échantillon dans un bain de KOH pendant 20 min. Il obtient ainsi des micro-structures avec un diamètre de 1-2 μm et une hauteur de 20 μm .

La technique d'usinage de GaAs par IPC/RIE avec le bon rapport d'aspect et surtout la bonne profondeur reste à développer. En effet, dans le cas de l'application radiographie X, comme montré dans le chapitre II (*figure II-1*), l'épaisseur nécessaire de semi-conducteur autre que le CdTe ou CdZnTe pour absorber est très supérieure à 300 μm . Dans le cadre de ce travail de thèse, notre objectif n'était pas de développer une technologie mais d'intégrer des technologies existantes, nous n'avons pas utilisé cette technique.

Gravure par laser

L'utilisation des lasers est désormais largement répandue dans le monde industriel (découpe, soudure, marquage), pour la métrologie ou encore la médecine. Dans le milieu industriel, on trouve généralement des lasers continus infrarouges avec une forte puissance moyenne mais aussi des lasers à impulsion (laser à excimères) fonctionnant dans l'UV. Pour l'usinage de matériaux, les lasers à impulsion sont utilisés.

L'interaction laser-matière est un phénomène complexe [Bäuerle, 2000]. L'absorption d'un faisceau laser par un matériau se traduit par une modification de sa surface, qui dépend du rayonnement laser (longueur d'onde, durée des impulsions, intensité), de l'atmosphère et de la cible (nature physico-chimique, état de surface, épaisseur). Cette modification est la conséquence de différents processus, qui se combinent ou non :

- Processus thermique, pour le cas des impulsions longues (> 10 ps). Le rayonnement laser est absorbé par les électrons des couches externes de l'atome. L'énergie de ces électrons est ensuite transférée par conduction thermique au réseau d'atomes. Cet apport de chaleur localisé et intense provoque la fusion puis la vaporisation du matériau. Un plasma constitué de vapeurs et de gouttelettes en surfusion du matériau se crée et va ensuite se recondenser à la surface de la cible. Le processus thermique entraîne l'apparition d'une Zone Affectée Thermiquement (ZAT), zone fondue ou brûlée, qui provoque généralement une détérioration de la surface usinée (fissure, stress mécanique). La dimension de la ZAT est supérieure à la taille du spot laser, mais elle décroît lorsque la durée de l'impulsion laser diminue. Le processus thermique permet un usinage rapide d'un matériau quelconque mais le dégrade fortement. La *figure IV-1* présente un schéma de principe des conséquences du processus thermique.

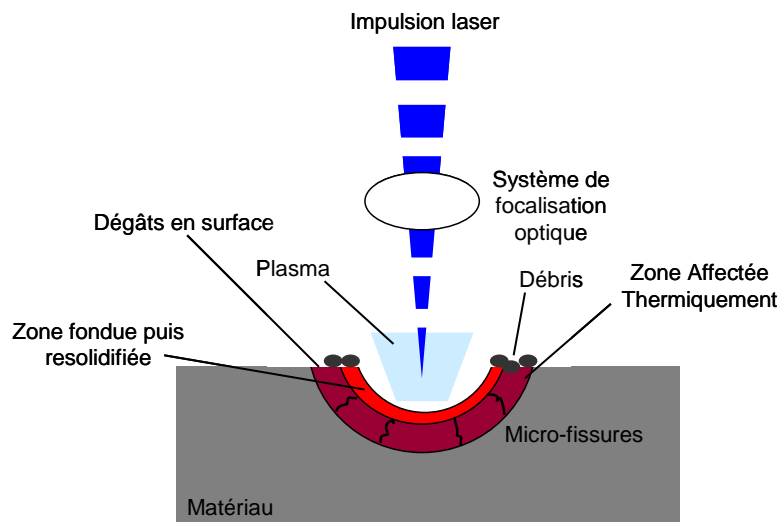


Figure IV-1 : Processus thermique pour l'usinage laser

- Processus photochimique, pour le cas d'un rayonnement laser UV et d'un matériau organique. Ce n'est pas l'objet de cette thèse, nous ne détaillerons pas plus ce processus.
- Processus athermique, dans le cas d'impulsions brèves (de l'ordre de la dizaine de femtosecondes) et intenses. Le terme athermique correspond au fait que la durée d'impulsion est très inférieure aux temps caractéristiques de la thermalisation électron-réseau atomique et de la diffusion de chaleur. L'usinage par laser femtoseconde est indépendant du matériau car il permet d'atteindre à chaque fois le seuil d'ablation, tout en réduisant considérablement la taille de la ZAT. On parle dans ce cas de micro-usinage, avec des dimensions usinées inférieures au micromètre. Cependant, les lasers femtosecondes ne sont pas démocratisés (prix élevé, instrument de recherche). Ce qui peut être un point bloquant pour notre objectif.

Deux modes d'usinage laser sont possibles : la percussion et la trépanation. La *figure IV-2* propose les schémas de principes de ces techniques [Christophersen, 2010].



Figure IV-2 : Schémas de principe de l'usinage laser par percussion et trépanation [Christophersen, 2010]

Le mode percussion consiste à envoyer une série de tirs laser percutants à cadence régulière le matériau jusqu'à atteindre la profondeur du trou choisie. Dans ce mode, le spot laser est focalisé sur le matériau. La taille et la forme du trou dépendent du spot laser tandis que la profondeur est déterminée par la durée et l'énergie de l'impulsion laser et du nombre de tirs choisis. Le mode percussion permet le perçage de trous à grande vitesse.

La technique par trépanation permet, quant à elle, une meilleure précision sur la forme voulue. Dans ce procédé, le faisceau laser focalisé est déplacé de manière circulaire à l'aide d'un système optique rotatif. Ce dispositif permet au faisceau de suivre un tracé en spirale ou la circonférence d'un cercle tout en restant focalisé sur le matériau. Dans certains cas, c'est le matériau à usiner qui peut être déplacé.

Pour les méthodes citées précédemment, il est important de noter que les usinages mécaniques et laser sont des procédés série (un trou à la fois) tandis que les gravures chimiques et plasma (RIE, ICP) sont des procédés parallèles. Dans le cas de l'usinage d'un grand nombre de trous, il faudra privilégier une technique parallèle.

Nous nous sommes intéressés de manière plus approfondie à l'utilisation de l'usinage laser pour les détecteurs 3D. Comme présenté dans le chapitre II, nous trouvons dans la littérature plusieurs références. Nous présentons ici quelques détails supplémentaires sur la gravure laser.

En 2002, Pellegrini [Pellegrini, 2002] présente ses essais d'usinage de Si (détecteur 3D pour les particules lourdes) et de GaAs (détecteur 3D pour le médical) avec un laser Ti : Saphir (durée d'impulsion de 40 fs et cadence de 1 kHz). La *figure IV-3* présente des images MEB de ces résultats pour le Si (1^{ère} ligne) et le GaAs (2^{ème} ligne).

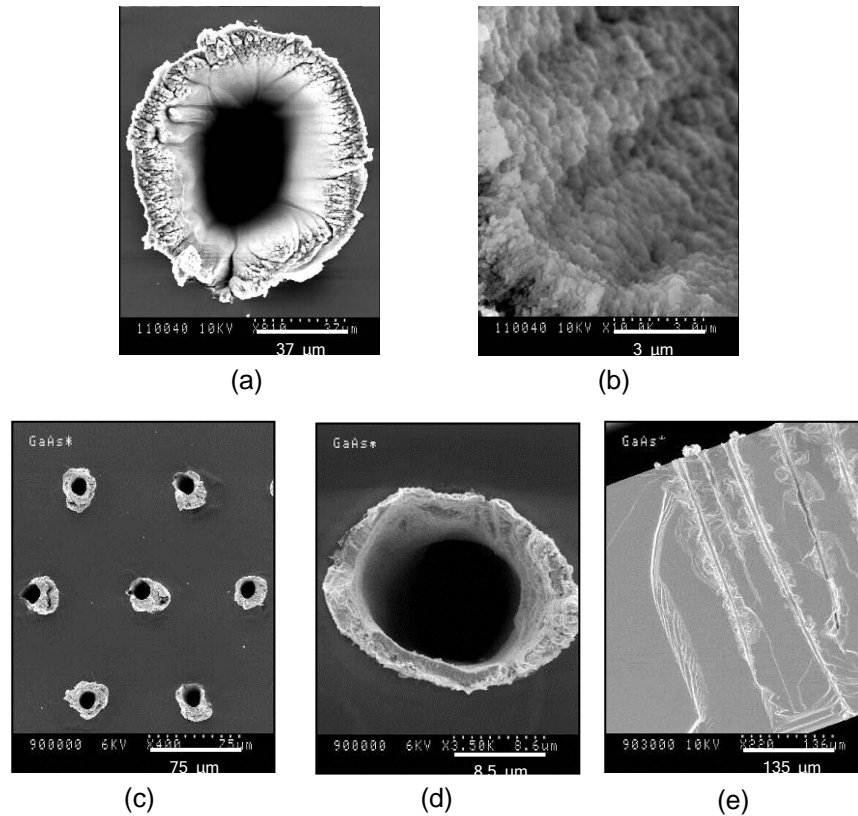


Figure IV-3 : Images MEB des résultats de l'usinage laser du (a) (b) Si usiné à 810 nm et (c) (d) (e) du GaAs usiné à 405 nm [Pellegrini, 2002]

Un premier essai de Si a été réalisé avec une longueur d'onde de 810 nm et une puissance de 1 W. Il constate qu'avec ces paramètres les trous usinés ne sont pas circulaires et sont très coniques, l'intérieur des trous est très rugueux et le plasma issu de la gravure s'est resolidifié autour du trou (*figure IV-3, (a) et (b)*). Il en conclut que l'énergie et la longueur d'onde sont trop élevées. Avec un deuxième essai avec une longueur d'onde de 405 nm (laser doublé en fréquence) et une puissance de 75 mW, Pellegrini montre une diminution de la matière resolidifiée, une réduction de la conicité des trous et la forme circulaire des trous (*figure IV-3, (c) et (d)*). L'utilisation d'une plus petite longueur d'onde et d'une énergie plus faible semble donc permettre une amélioration de la qualité de l'usinage. La *figure IV-3 (c)* montre une matrice hexagonale de 7 trous avec un pas de 85 μm entre les trous usinés dans du SI-GaAs de 500 μm d'épaisseur. Les trous ont un diamètre de 10 μm en entrée et de 5 μm en sortie (très conique) : ce qui donne un rapport d'aspect de 50 : 1. Il faut 5 s pour percer l'épaisseur de matériau. L'usinage semble répétable. La *figure IV-3 (e)* montre une divergence des trous après les 300 premiers μm, qui peut être expliquée par une diminution de l'énergie à cause du plasma. Enfin, l'auteur propose l'utilisation d'une couche sacrificielle de matériau avec une épaisseur comprise entre 200 et 500 μm afin de supprimer la conicité des trous qui se situe dans la première partie de l'épaisseur du matériau.

En 2010, Christophersen [Christophersen, 2010] présente ses résultats d'usinage laser du Si pour développer un détecteur 3D avec un système commercial. Il utilise un laser Nd-YAG (machine commerciale Oxford E-Series), avec une longueur d'onde de 335 nm, une énergie

de 10 mJ par impulsion et une cadence de tirs de 10 kHz. La durée de l'impulsion n'est pas indiquée. L'usinage se passe sous atmosphère d'argon. Avec ces paramètres, il obtient un rapport d'aspect de 100 : 1 et perce un trou par percussion dans 1 mm de Si en 75 ms. Les deux modes d'usinage laser, percussion et trépanation ont été testés. Christophersen montre que son détecteur usiné par trépanation possède un courant de fuite plus faible que celui par percussion. Le mode trépanation réduirait les dommages causés sur les flancs des trous. Enfin, il utilise un plasma XeF₂, afin de supprimer les zones abîmées par l'usinage laser. La *figure IV-4* présente des images MEB de ses résultats.

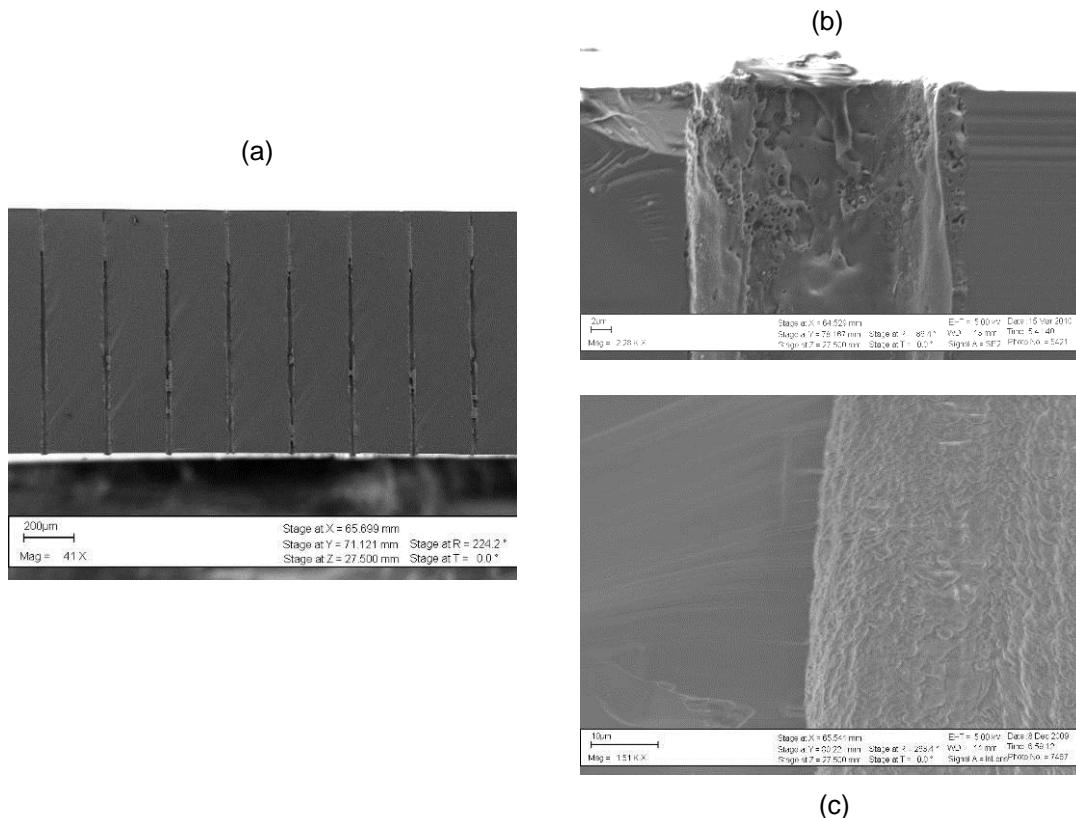


Figure IV-4 : Images MEB de l'usinage laser du Si (a) trous obtenus de 10 µm de diamètre (rapport d'aspect 100 : 1) ; zoom sur la surface d'un trou après usinage laser (b) et après gravure plasma (c) [Christophersen, 2010]

L'usinage laser permet d'atteindre un grand rapport d'aspect (100 : 1, *figure IV-4 (a)*). L'utilisation du plasma semble permettre la suppression de la majorité des zones abîmées sur les flancs des trous (*figure IV-4 (b) et (c)*). Une rugosité résiduelle reste cependant présente.

Ces deux articles prouvent l'intérêt de l'usinage laser pour la géométrie 3D.

En conclusion, diverses techniques d'usinage de matériaux semi-conducteurs ont été présentées dans cette section. Les gravures mécaniques, chimiques et plasma ont été écartées à cause des dégradations du matériau usiné et / ou de leur dépendance vis-à-vis du matériau. Les techniques RIE et ICP possèdent de nombreux avantages (rapidité, procédé parallèle, respect de la surface du matériau). Cependant, elles ne sont maîtrisées que pour certains semi-

conducteurs et sont limitées en termes de rapport d'aspect (maximum 20 : 1) et d'épaisseur compte tenu de nos objectifs.

L'usinage laser a déjà été testé dans la littérature et des exemples ont été montrés pour les détecteurs 3D, avec un laser femtoseconde (et donc un processus athermique) dans un cas et une durée d'impulsion non précisée dans le deuxième cas.

Si l'on se base sur le processus thermique (plus répandu), l'usinage laser a pour conséquence une forte dégradation de la surface du matériau (matière ablatée resolidifiée, ZAT) et semble produire une forme de trou conique. De plus, c'est un procédé série (usinage d'un trou à la fois). Il faut alors faire attention à la répétabilité de l'usinage mais aussi réfléchir dès maintenant à une parallélisation du procédé dans l'objectif de produire une grande matrice de trous (dimension radiographie du thorax jusqu'à 43x43 cm²). Pourtant, l'intérêt de la gravure laser réside en l'usinage d'un très grand rapport d'aspect (jusqu'à 100 : 1 démontré actuellement) et son indépendance vis-à-vis du matériau. Enfin, des techniques (plasma, chimique) permettent de supprimer les zones endommagées par le laser, mais elles restent spécifiques au matériau utilisé.

Pour toutes ces raisons, et dans le cadre de la sélection d'une gravure pour un semi-conducteur quelconque, nous avons donc choisi d'étudier l'usinage laser.

2. Description du banc d'usinage laser

La partie usinage des semi-conducteurs s'est déroulée au sein du Laboratoire d'Interactions Laser-Matière du CEA-Saclay. Le choix des paramètres laser et le montage du banc d'usinage ont été effectués sous la responsabilité du LILM et n'entrent pas dans le travail de thèse. Dans cette section, nous allons décrire précisément les conditions utilisées pour l'usinage laser.

La *figure IV-5* présente une photographie de l'ensemble de la chaîne d'usinage.



Figure IV-5 : Photographie du banc d'usinage par laser nanoseconde

En ce qui concerne la durée de l'impulsion laser, nous avons fait le choix stratégique, avec le LILM, de tester l'usinage par laser nanoseconde. Cela nous permet en priorité d'utiliser un laser plus répandu (et moins cher). L'inconvénient le plus probable est la présence d'une zone affectée thermiquement plus grande, mais des méthodes existent pour la supprimer. De plus, ce choix nous laisse une marge d'amélioration, en nous tournant plus tard vers le laser femtoseconde si le laser nanoseconde entraîne trop de dégradation dans le semi-conducteur.

Le laser, choisi par le LILM, est un laser Nd : YFL, constitué d'un cristal biréfringent YLiF₄ dopé aux ions terres-rares Nd³⁺. C'est un laser Q-Switch actif (permet d'atteindre de grandes puissances), avec une polarisation rectiligne. La durée de l'impulsion à mi-hauteur est de 41 ns. Le laser est réglé de façon à avoir une incidence quasi normale à la surface du matériau à usiner. La *figure IV-6* présente le profil temporel de l'impulsion laser détectée par une photodiode (dans les conditions choisies pour l'usinage).

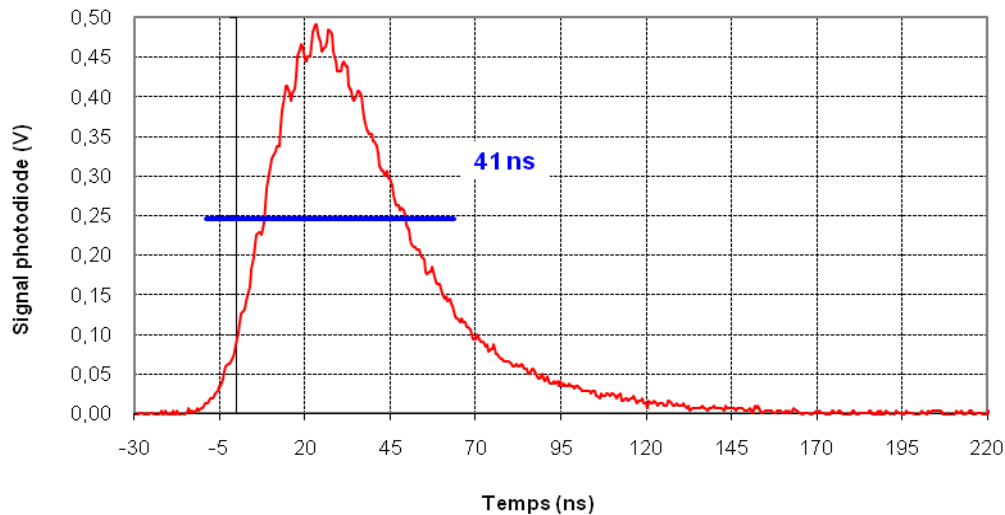


Figure IV-6 : Profil temporel de l'impulsion laser

Le mode d'usinage utilisé dans le cadre de ce travail est le mode percussion. Quelques essais ont été réalisés en mode trépanation, mais n'ont pas été concluants. La cadence de tirs est de 3 kHz. Elle a été choisie afin de pouvoir usiner une grande surface dans un temps raisonnable. Il faut compter environ 500 ms pour percer 1 mm de matériau.

La puissance moyenne de l'impulsion est comprise entre 1 et 1,95 W, soit 333 à 650 μ J par impulsion laser. Elle a été déterminée après plusieurs essais. Le choix de la puissance moyenne est un compromis à faire entre la puissance nécessaire pour avoir un perçage rapide et efficace (déboucher sur l'épaisseur de matériau) avec les dégradations de surface et la ZAT entraînées par une puissance trop forte.

La longueur d'onde du laser est de 1052 nm, mais le laser peut être doublé et quadruplé en fréquence. Sa longueur d'onde prend la valeur de 526 nm (deuxième harmonique) et de 263 nm (quatrième harmonique). Dans le cadre de la gravure de semi-conducteur, le choix de la longueur d'onde s'est porté sur la quatrième harmonique, et cela pour plusieurs critères. Tout d'abord, les longueurs d'onde dans l'ultra-violet sont mieux

absorbées par ces matériaux, ce qui doit permettre une ablation plus facile du matériau. En prenant l'exemple du GaAs, la figure IV-7 présente la courbe du coefficient d'absorption en fonction de l'énergie photonique [Casey, 1975].

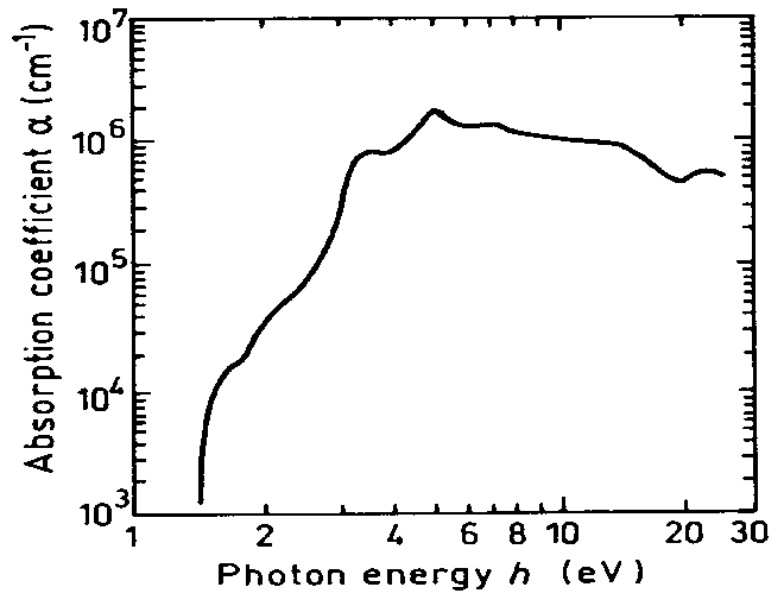


Figure IV-7 : Coefficient d'absorption en fonction de l'énergie photonique pour le GaAs [Casey, 1975]

Avec la formule suivante, nous pouvons calculer les énergies photoniques correspondantes aux longueurs d'onde du laser et obtenir le coefficient d'absorption d'après la courbe précédente :

$$E = \frac{hc}{\lambda} \quad (IV-1)$$

On obtient alors :

- longueur d'onde laser : $\lambda = 1052 \text{ nm} \rightarrow E = 1,17 \text{ eV} \rightarrow \alpha \ll 10^3 \text{ cm}^{-1}$
- deuxième harmonique : $\lambda = 526 \text{ nm} \rightarrow E = 2,36 \text{ eV} \rightarrow \alpha = 6.10^5 \text{ cm}^{-1}$
- quatrième harmonique : $\lambda = 263 \text{ nm} \rightarrow E = 4,71 \text{ eV} \rightarrow \alpha = 2.10^6 \text{ cm}^{-1}$

Dans l'infrarouge, le GaAs est transparent, ce qui est cohérent avec la largeur de bande interdite.

De plus, comme montré dans la section 1 de ce chapitre, une plus petite longueur d'onde cause moins de dégradation sur le matériau usiné.

Enfin, le diamètre du spot laser (et donc du trou souhaité) dépend de la longueur d'onde, de la façon suivante [Doyle Miller, 1993] :

$$\phi = \left(\frac{4\lambda}{\pi} \right) \left(\frac{f}{d} \right) M^2 \quad (IV-2)$$

avec : f : focale du système optique (= 212 mm à 263 nm)

d : diamètre du faisceau laser avant la face d'entrée du système optique (= 9,5 mm)

M² : facteur de qualité du faisceau (= 1,5)

Dans notre cas, on obtient un diamètre de spot laser théorique de 11 μm .

Dans la pratique, la taille du spot laser est plus grande, à cause de la forme gaussienne du faisceau laser. Elle a été mesurée à 30 μm (à mi-hauteur) à l'aide d'une plaque en phosphore (qui réémet de la lumière visible après absorption UV). La taille du spot laser mesuré dépend aussi du matériau qui absorbe le rayonnement incident.

Enfin, la densité de puissance absorbée de l'impulsion augmente lorsque la taille du spot laser diminue et diminue lorsque l'absorption du matériau augmente. Un compromis doit donc être trouvé pour avoir l'usinage optimal.

Le faisceau laser est déplacé à l'aide d'une tête galvanométrique (composée de deux miroirs à déplacement rapide). Le diamètre d'ouverture de la tête étant de 10 mm et celui du spot en sortie laser de 2 mm, un système afocal de grandissement transverse légèrement inférieur à 5 est utilisé. Ce système est réglé au minimum de divergence. Il augmente le diamètre du spot laser à 9-9,5 mm (plus petit que l'entrée de la tête galvanométrique afin d'éviter la diffraction sur les bords).

Une lentille UV, avec une focale de 212 mm à 263 nm, permet la focalisation du faisceau laser sur le matériau. Le LILM a choisi de focaliser le laser sur la surface du matériau à usiner. La mise au point de la focalisation s'effectue à très faible énergie et en utilisant une lame de verre de test. Des tables de déplacement micro-contrôle permettent le mouvement de l'ensemble le long du faisceau laser.

La gravure des semi-conducteurs ne se passe pas sous vide ou atmosphère particulière. Cependant, l'échantillon à usiner est placé dans un boîtier en plexiglas, afin d'éviter la pollution de l'atmosphère et du laser par les poussières de semi-conducteur. A l'intérieur, l'échantillon est maintenu sur un plateau élévateur (précision de 100 μm). Le boîtier est accolé à la lentille de focalisation.

Les différents essais et caractérisations de l'usinage laser avec ce dispositif, réalisés dans le cadre de cette thèse, seront présentés dans la suite de ce chapitre.

3. Démonstration de la faisabilité de l'usinage par laser nanoseconde

Dans cette partie, nous allons présenter les premiers essais d'usinage par laser nanoseconde sur des semi-conducteurs. Deux échantillons vont être en particulier détaillés. Ils nous ont permis de démontrer la faisabilité de l'usinage laser pour la réalisation de détecteurs 3D. Pour le premier, à base de CdTe (matériau facilement disponible au sein du laboratoire), une matrice de 60 000 trous avec un rapport d'aspect visé de 50 : 1 a été percée afin de vérifier la capacité à graver un tel rapport d'aspect et un aussi grand nombre de trous. Le deuxième est à base de SI-GaAs, le semi-conducteur choisi pour le développement des détecteurs 3D. Nous avons gravé une matrice de 3 x 3 trous avec un rapport d'aspect visé de 5 : 1 et ainsi pu confirmer l'usinage de ce matériau.

Afin d'observer les échantillons, nous avons particulièrement utilisé la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Il s'agit d'une microscopie de haute résolution basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons balaye la surface d'un échantillon et pénètre plus au moins d'épaisseur de matériau en fonction du mode de fonctionnement. L'échantillon réémet une certaine quantité de électrons qui vont être analysés par différents détecteurs et permettent une reconstruction de l'image en 3D. Différents types d'imagerie sont ainsi disponibles. Le MEB possède également une grande profondeur de champ. Dans cette section, nous avons utilisé le mode électrons secondaires, qui donne une information topographique de l'échantillon.

3.1. Usinage d'un grand rapport d'aspect et d'un grand nombre de trous

L'objectif de cet essai est de démontrer la capacité de l'usinage laser à graver un grand nombre de trous avec un grand rapport d'aspect. Dans un deuxième temps, un dépôt d'or par électroless (description de la méthode dans le chapitre III) sur l'échantillon a été effectué dans le but de vérifier l'aptitude de cette technique à déposer un contact sur la surface des trous.

Pour cet essai, un échantillon de CdTe avec une épaisseur de 1 mm a été utilisé. Le CdTe est le semi-conducteur disponible au laboratoire, et ce choix nous permet aussi de vérifier l'indépendance vis-à-vis du matériau de l'usinage laser. Une matrice de 60 000 trous a été usinée, avec un pas entre les trous de 100 μm . Le diamètre attendu des trous était de 20 μm , ce qui donne un rapport d'aspect de 50 : 1. La *figure IV-8* présente une image de la matrice, obtenue avec un MEB ZEISS Ultra FEG 55.

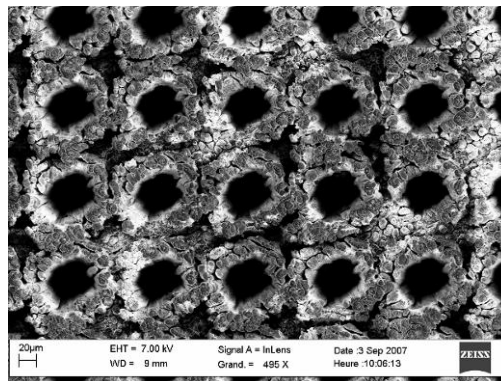


Figure IV-8 : Image MEB de la surface du CdTe après usinage des 60 000 trous

Les trous ont une forme relativement circulaire. Nous pouvons noter la quantité importante de matière resolidifiée autour du trou. Elle peut être enlevée à l'aide d'un polissage mécanique, si le matériau n'est pas trop dur. Cependant, le risque est de reboucher les trous, ce qui nécessite un nettoyage minutieux.

La *figure IV-9* propose une image MEB de la face de sortie laser, ainsi qu'un zoom sur un trou.

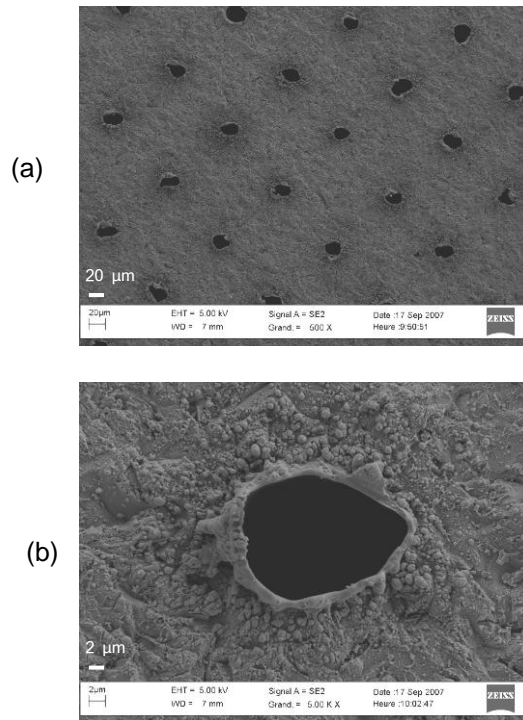


Figure IV-9 : Images MEB (a) de la face de sortie laser du CdTe usiné et (b) zoom sur un trou

Le pas entre les trous (sur la face de sortie laser) est d'environ 150 μm. Les trous se sont pas complètement circulaires, ce qui peut être dû à la polarisation du faisceau laser et forment une sorte de cratère. Ce cratère doit s'expliquer par une solidification de la matière ablatée à la sortie du trou, quand le laser a traversé toute l'épaisseur et débouche du semi-conducteur.

Après le dépôt d'or par electroless, et afin de visualiser les trous selon l'épaisseur du matériau (sur la tranche), nous avons cassé l'échantillon. La figure IV-10 présente deux photographies obtenues sous binoculaire optique.

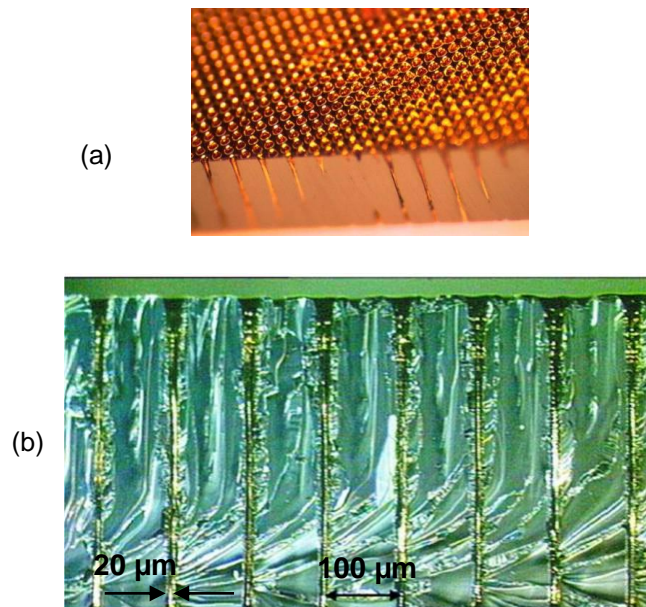


Figure IV-10 : Photographie sous binoculaire optique (a) du CdTe usiné après dépôt d'or et (b) de la tranche du CdTe usiné

Plusieurs observations peuvent être tirées de ces photographies. Tout d'abord, l'or déposé par électroless recouvre bien tous les trous. Ce qui nous indique que c'est une bonne méthode de dépôt pour la géométrie 3D. Les trous apparaissent fortement coniques au début et atteignent un diamètre constant après les premiers 250 μm . L'usinage semble répétable. Sur la photographie (b), les stries visibles entre les trous sont dues au stress mécanique résultant du bris de l'échantillon.

Cet échantillon a ensuite été découpé selon une ligne de trous et poli à l'aide d'une scie LEICA EM TXP. Cet appareil est conçu pour couper, fraiser, percer et polir des échantillons avant leur observation par MEB, microscopie électronique en transmission et microscopie optique.

La figure IV-11 propose plusieurs images de l'échantillon obtenues avec un MEB HITACHI 4100 en mode électrons secondaires.

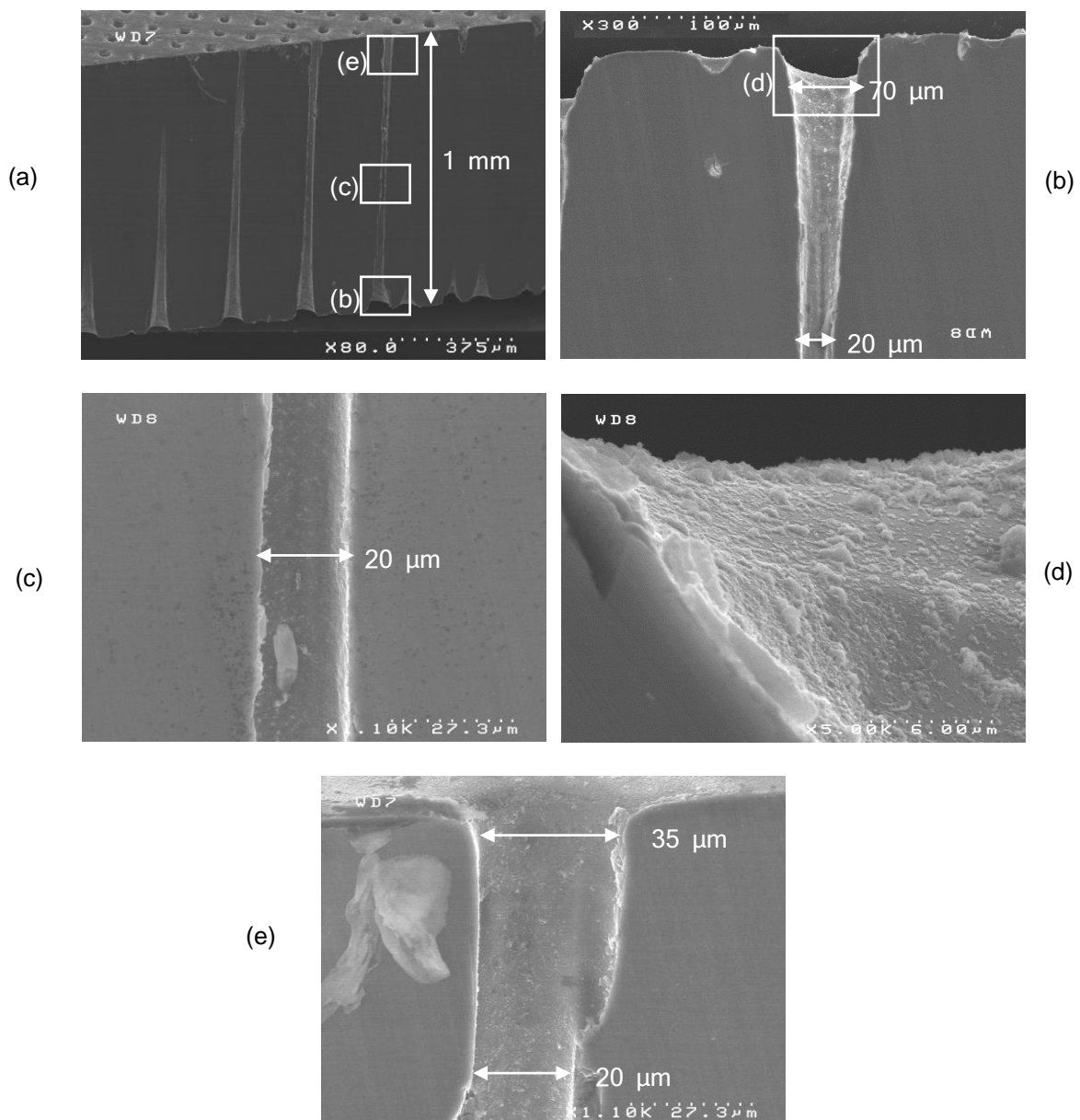


Figure IV-11 : Images MEB après polissage (a) de la tranche du CdTe usiné, (b) du haut d'un trou, (c) du milieu d'un trou, (d) d'un zoom sur le haut d'un trou et (e) de la fin d'un trou

La partie conique des trous se situe dans le premier quart de l'épaisseur du matériau (soit 250 μm). Nous avons mesuré un diamètre de trous passant de 70 μm (en entrée) à 20 μm (en sortie). Le diamètre réaugmente sur les derniers 60 μm (35 μm , *figure IV-11 (e)*), ce qui n'est pas expliqué. Les *figure IV-11 (c) et (d)* nous permettent de voir l'état de surface du trou. Des débris dus au polissage sont visibles dans la *figure IV-11 (c)*. L'état de surface apparent sur la *figure IV-11 (d)* peut correspondre à la resolidification de la matière après l'usinage ou bien à l'or déposé.

Enfin, sur la *figure IV-11 (c)*, des petites régions plus sombres apparaissent dans une zone proche autour du trou. Leur dimension est inférieure à 2 μm . La question se pose alors si nous avons mis en évidence la zone affectée thermiquement.

Cet échantillon a permis de démontrer la faisabilité de l'usinage par laser nanoseconde d'un grand nombre de trous (60 000) avec un grand rapport d'aspect (50 : 1). Les trous usinés sont fortement coniques dans les premiers 250 μm de l'épaisseur du matériau. Beaucoup de matière se resolidifie autour du trou. La technique electroless permet bien de déposer un métal sur les flancs des trous. Nous n'avons pas été plus loin sur la caractérisation de cet échantillon car il ne s'agit pas du semi-conducteur visé pour le détecteur 3D.

3.2. Usinage du GaAs

L'objectif de cet essai est de vérifier la faisabilité de l'usinage laser du GaAs, matériau choisi après l'étude bibliographique pour le développement des détecteurs 3D.

Quatre matrices de trous ont été gravées dans du GaAs semi-isolant fourni par AXT (fabriquant chinois). Ce matériau, non cité dans le chapitre III, a été testé au sein du laboratoire avant le début de cette thèse, mais n'a présenté aucun résultat intéressant (en particulier pas de comptage de photons). Le test de l'usinage du GaAs ayant eu lieu en parallèle de l'étude sur le matériau (chapitre III), l'échantillon de GaAs d'AXT usiné nous a servi d'échantillon mécanique pour caractériser l'usinage.

Le motif usiné est le suivant :

- matrice de 3 x 3 trous
- diamètre des trous souhaité : 100 μm
- pas entre les trous : 350 μm

Avec une épaisseur de 400 μm , nous souhaitons donc graver un rapport d'aspect de 4 : 1.

Ce motif est celui qui a été choisi pour tester la géométrie 3D, pour des raisons (entre autres surface de détection, configuration de polarisation, facilités techniques) qui seront plus exposées dans le chapitre V.

Après l'usinage, un dépôt d'or par electroless, ainsi qu'un polissage mécanique de la surface ont été réalisés.

Puis, l'échantillon a été découpé et poli à l'aide de la scie LEICA EM TXP selon la tranche du matériau en s'arrêtant au centre des trous afin de pouvoir observer la forme des trous. Il est important de noter la difficulté à polir l'échantillon dans un plan parfaitement vertical par rapport à la surface. De plus, nous ne pouvons être totalement être sûr d'avoir poli l'échantillon jusqu'à la moitié des trous. Des précautions sont donc à prendre sur la mesure des diamètres des trous.

La *figure IV-12* présente une photographie obtenue sous binoculaire optique de la tranche de l'échantillon.

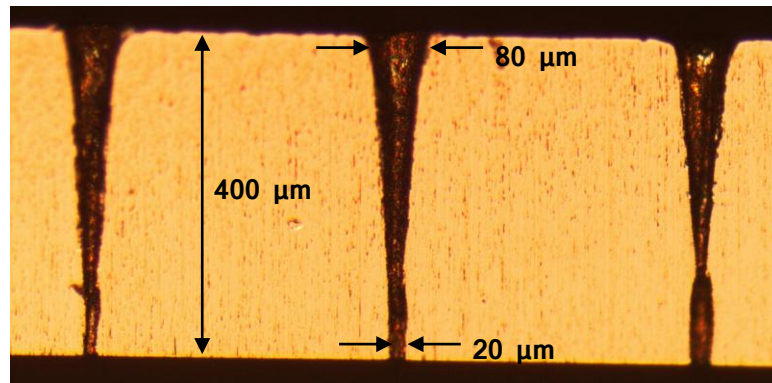


Figure IV-12 : Photographie de la tranche du GaAs usiné par laser

Les trous sont très fortement coniques, avec un diamètre qui passe de 80 µm à 20 µm, ce qui confirme les observations faites sur l'échantillon en CdTe. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer la conicité des trous usinés par laser. Tout d'abord, la forme gaussienne du faisceau laser implique que la densité de puissance de l'impulsion est plus forte au centre. Ce qui impliquerait un usinage plus efficace au centre de trou que sur les bords. Par ailleurs, l'ablation laser entraîne la création d'un plasma qui cherche à s'évacuer du trou. En envoyant un train d'impulsion, le faisceau laser doit traverser ce plasma, qui absorbe une partie de la puissance laser et par conséquent diminue au fur et à mesure que le faisceau laser traverse l'épaisseur du matériau. Ces hypothèses n'ont pas été vérifiées.

Au vu des deux échantillons présentés (CdTe et GaAs), la conicité des trous se situe dans les 300 premiers micromètres de l'épaisseur du matériau. Au-delà, le diamètre reste constant à 20 µm. D'où l'intérêt d'utiliser une couche sacrificielle de 200-300 µm.

La *figure IV-13* présente différentes images des trous obtenues avec le MEB HITACHI 4100 en mode électrons secondaires, qui nous ont permis une évaluation plus précise de la forme et des dimensions des trous.

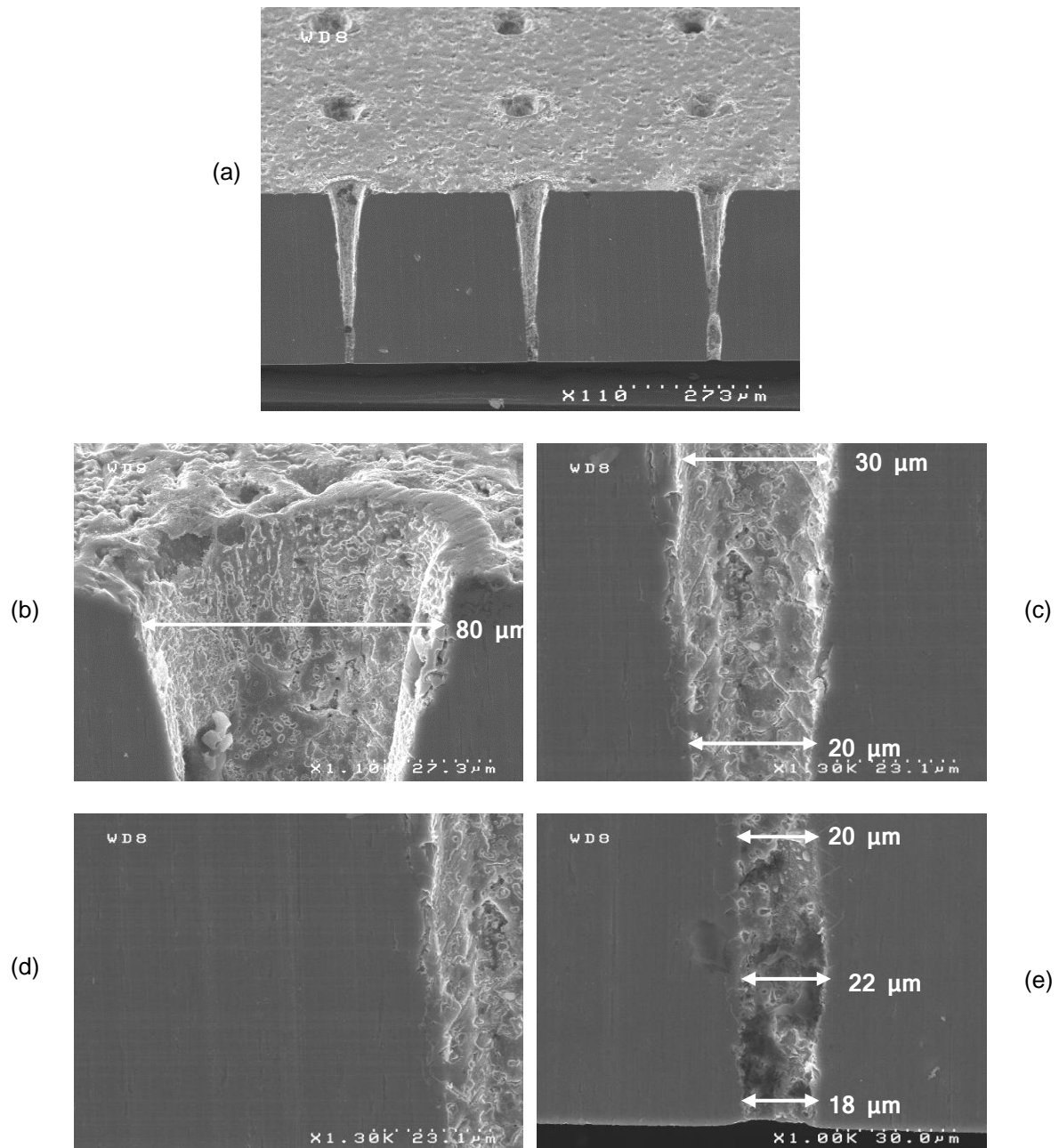


Figure IV-13 : Images MEB (a) de la tranche polie du GaAs usiné, (b) zoom sur le haut d'un trou, (c) zoom sur le milieu d'un trou, (d) zoom sur le GaAs non usiné et (e) zoom sur la fin d'un trou

La figure IV-13 (a) nous montre la bonne répétabilité de l'usinage laser en ce qui concerne la forme des trous. L'utilisation du MEB nous a permis de mesurer les dimensions suivantes :

- le diamètre des trous en entrée est de $80\text{ }\mu\text{m}$.
- le diamètre des trous passe de 80 à $30\text{ }\mu\text{m}$ sur les premiers $170\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur du GaAs puis de 30 à $20\text{ }\mu\text{m}$ en $70\text{ }\mu\text{m}$.
- le diamètre des trous reste relativement constant ($20\text{ }\mu\text{m}$) sur les derniers $160\text{ }\mu\text{m}$. Ce qui nous donne un rapport d'aspect de $8 : 1$.

Un épaulement dans le diamètre (légère augmentation à $22\text{ }\mu\text{m}$ puis retour à $20\text{ }\mu\text{m}$) est visible sur les 3 trous. Ce dernier n'est pas expliqué.

Nous devons préciser que l'erreur relative sur la mesure au MEB est d'environ 10%, à cause de la surface irrégulière des trous.

Les *figure IV-13 (b), (c) et (e)* nous permettent de visualiser les flancs des trous. Nous ne pouvons pas dire précisément si l'on observe la matière resolidifiée ou l'or déposé par electroless. Il s'agit probablement des deux. L'usinage laser semble, en tous cas, dégrader fortement l'état de surface des trous.

Sur la *figure IV-13 (d)*, qui représente un zoom sur une zone polie mais non usinée du GaAs, nous pouvons voir plusieurs trainées plus sombres. Ces traces sont certainement dues au polissage. Nous n'avons pas observé le même type de tâches que sur le CdTe.

L'usinage de cet échantillon de SI-GaAs nous a permis de montrer la faisabilité de l'usinage par laser nanoseconde de ce semi-conducteur, avec un motif précis (matrice de 3 x 3 trous). Nous avons mis en évidence la forte conicité des trous (diamètre divisé par quatre sur la moitié de l'échantillon), mais également une excellente répétabilité dans la forme des trous. Les caractérisations réalisées n'ont cependant pas permis de prouver la présence (ou non) d'une zone affectée thermiquement autour des trous.

4. Recherche d'une zone affectée thermiquement dans le GaAs après usinage laser

Pour cette étude, l'échantillon de SI-GaAs décrit précédemment a été utilisé. Pour rappel, il possède les caractéristiques suivantes :

- SI-GaAs d'AXT, épaisseur de 400 μm
- usinage par laser de plusieurs matrices de 3 x 3 trous (diamètre = 80 / 20 μm , pas = 350 μm)
- dépôt d'or par electroless (description de la méthode dans le chapitre III).

L'objectif de cette étude est de vérifier la présence et la nature d'une zone affectée thermiquement (ZAT) par l'usinage laser autour des trous dans l'échantillon. L'ablation laser entraîne la formation d'une zone où le matériau a été fondu puis resolidifié. La ZAT peut correspondre à cette zone ou même être un peu plus grande, si par exemple la resolidification a entraîné des contraintes mécaniques dans le matériau.

Trois hypothèses concernant la nature de la ZAT ont été analysées dans cette étude :

- la présence de micro-fissures autour des trous, ce qui conduit à une analyse topographique de l'échantillon.
- la contamination chimique de l'échantillon, avec par exemple des zones avec un déficit de Ga ou de As.
- la modification cristallographique du matériau. Le GaAs initial est monocristallin orienté $\langle 100 \rangle$, la zone fondue peut être restée monocristalline, devenue polycristalline ou amorphe.

Les paragraphes suivants présenteront les différentes caractérisations réalisées avec différents modes d'imagerie MEB et les conclusions tirées

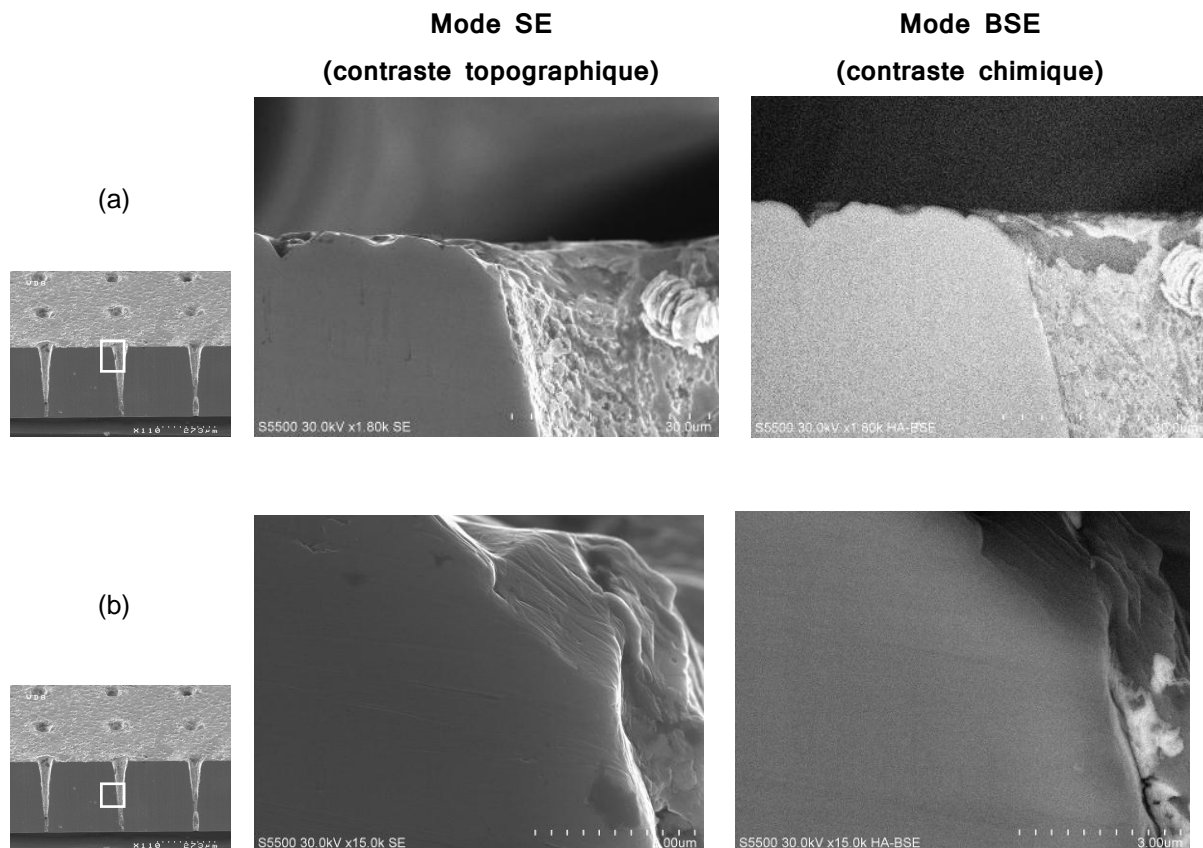
4.1. Analyse topographique et chimique

Dans le cadre de l'analyse topographique et chimique de la tranche du SI-GaAs d'AXT, deux modes d'imagerie MEB ont été utilisés : le mode électrons secondaires (SE) et le mode électrons rétrodiffusés (BSE).

Le mode SE est le mode le plus courant (images MEB présentées précédemment). Il donne une information morphologique de la surface de l'échantillon. La résolution spatiale est de quelques nanomètres de matériau. Le mode SE offre donc un contraste topographique.

Dans le mode BSE, l'analyse des électrons rétrodiffusés sonde un volume de matériau plus important (quelques micromètres) que dans le mode SE. La quantité d'électrons rétrodiffusés ressortant du matériau dépend de la nature chimique des couches traversées. Dans une image BSE, les zones sombres correspondent à des atomes légers. Le mode BSE offre donc un contraste chimique. En fonction du détecteur, il peut également fournir une information topographique et cristallographique.

La *figure IV-14* présente des images pour différents points de l'échantillon obtenues avec un MEB HITACHI 5500 qui permet la visualisation des modes SE et BSE.



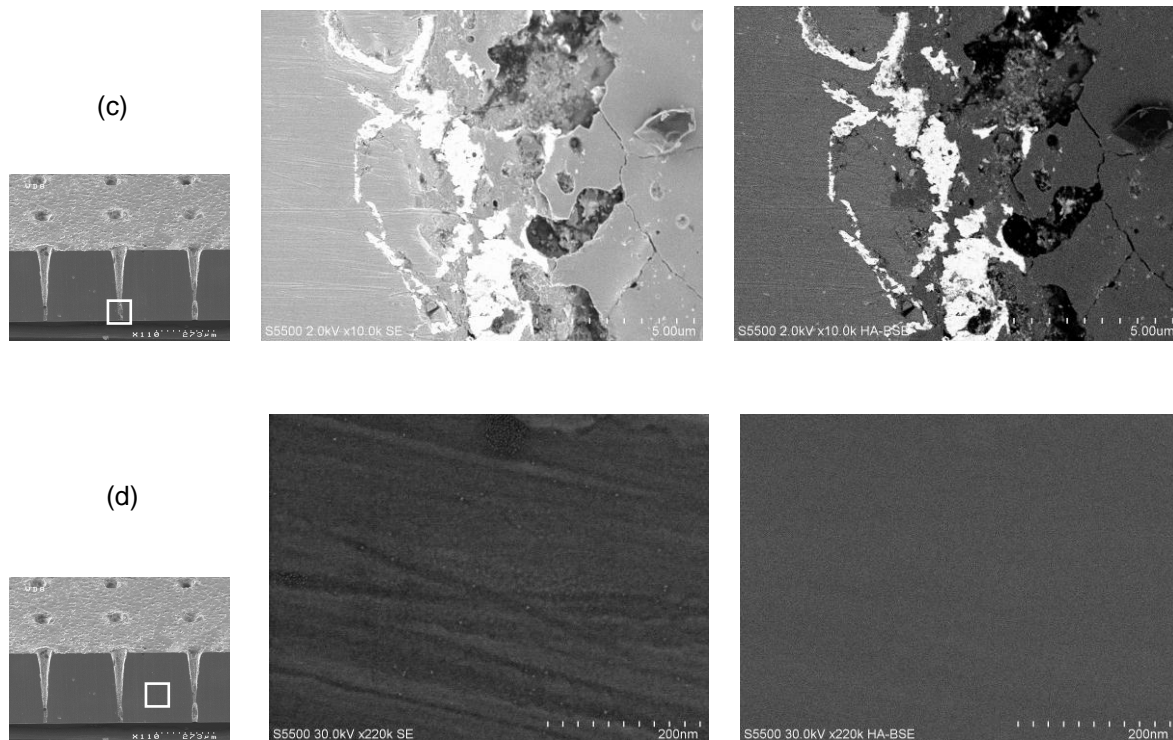


Figure IV-14 : Images MEB en mode BSE et SE de la tranche du GaAs usiné (a) haut d'un trou, (b) milieu d'un trou, (c) fin d'un trou et (d) entre les trous

D'un point de vue strictement topographique, sur les *figure IV-14 (a) et (b)*, nous n'observons pas de micro-fissures sur les bords du trou. Sur la *figure IV-14 (c)*, des micro-fissures sont visibles. Cependant, nous ne pouvons pas conclure sur ces observations. Comme expliqué dans la section 3, il est difficile d'assurer un polissage dans un plan parfaitement vertical par rapport à la surface de l'échantillon. S'il y a un angle de polissage, sur la fin du trou, il est possible de ne pas avoir poli jusqu'au milieu du trou et nous ne pouvons pas dire si les micro-fissures observées sont dues à l'usinage ou au polissage.

En comparant les images obtenues par les deux modes, les différentes « taches » plus sombres visibles dans une zone proche des trous en mode SE ne le sont pas en mode BSE. Il s'agit donc d'un contraste topographique et non chimique. La *figure IV-14 (d)* montre également des rayures sur la surface de l'échantillon entre les trous. Ce qui nous laisse penser que ce sont des traces de polissage.

Avec cette étude, des micro-fissures ont été observées. Nous pouvons également conclure qu'il n'y a pas de contamination chimique autour des trous après l'usinage laser. A ce stade, nous n'avons pas mis en évidence la présence d'une ZAT.

4.2. Analyse cristallographique

Pour cette étude, nous avons également utilisé une imagerie MEB, mais cette fois en mode diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). Dans ce cas, ce sont le comportement ondulatoire des électrons et leur capacité à diffracter sur un réseau cristallographique qui sont exploités. Le mode EBSD permet la détermination de l'orientation des grains dans un

matériau polycristallin. L'équipement utilisé pour ce travail possède une résolution spatiale de 0,5 μm .

Le mode EBSD, pour être efficace, nécessite un polissage minutieux de l'échantillon. Pour plus de facilité technique pour le polissage, nous avons préféré étudier une autre matrice de trous et observer l'état cristallin sur la surface de l'échantillon (et non plus sur la tranche). Le polissage a été réalisé à l'aide d'une table vibrante (polissage mécano-chimique), ce qui permet l'obtention d'une finition miroir.

La *figure IV-15* présente les images obtenues avec un MEB OXFORD/HKL FEG LEO1530 (avec système EBSD) prises entre les trous et autour d'un trou. La couleur rose des images en EBSD équivaut à une orientation des grains $\langle 100 \rangle$.

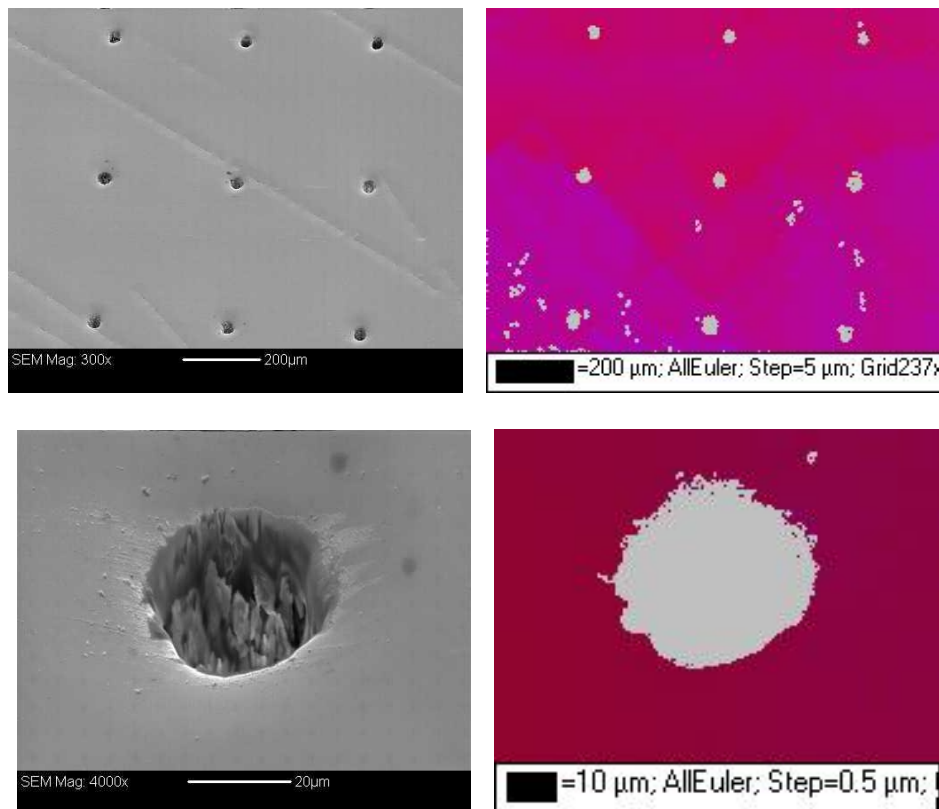


Figure IV-15 : Images MEB (EBSD) du GaAs usiné. La couleur rose équivaut à l'orientation des grains $\langle 100 \rangle$.

Que ce soit entre les trous ou dans une zone très proche des trous, le GaAs usiné par laser reste monocristallin, sans désorientation cristalline (il reste $\langle 100 \rangle$). S'il existe une modification cristalline, la dimension de la zone est inférieure à la résolution de l'équipement (soit 0,5 μm).

En conclusion, avec ces deux études, nous avons montré qu'après usinage par laser nanoseconde, il n'y avait pas de modifications chimiques et cristallographiques visibles du matériau. Des micro-fissures ont été mises en évidence, mais sans conclure sur leur cause.

Cependant, il est important de préciser que ces études ont été réalisées avec un échantillon ayant subi plusieurs procédés techniques après l'usinage laser (désoxydation chimique, dépôt métallique, polissage). Il est possible que ces procédés aient pu légèrement agrandir les trous et ainsi supprimer une zone du matériau que nous n'avons pu vérifier. Ce qui montre que nous avons peut-être enlevé la ZAT, qui existe fatalement suite à l'usinage laser.

5. Essai pour réduire la conicité

Les premiers essais d'usinage de semi-conducteur par laser ont révélé la forte conicité des trous. Cette conicité est le plus probablement due à une baisse progressive de la densité de puissance de l'impulsion laser au fur et à mesure de la gravure. Elle semble cependant atteindre un seuil au niveau de l'épaisseur de matériau usiné, au-delà duquel le diamètre du trou reste relativement constant.

La conicité entraîne plusieurs problèmes pour la géométrie 3D. D'un point de vue théorique, l'avantage de la géométrie 3D repose sur le principe de rapprochement des électrodes sans avoir à diminuer l'épaisseur de matériau, et ce afin de pouvoir prendre un semi-conducteur avec de plus faibles propriétés de transport des charges. Or, avec des trous coniques, la distance entre les électrodes n'est pas fixe le long de l'épaisseur du semi-conducteur. Ce qui provoque localement des inégalités dans la distribution du champ électrique et la collecte des charges. D'un point de vue technique, la conicité des trous soulève également des questions sur le dépôt de contact (qui doit être uniforme sur tout le long des trous) et sur la connectique des électrodes vers un circuit électronique.

Dans ce travail, deux propositions ont été testées pour réduire la conicité des trous :

- l'augmentation de la densité de puissance et du nombre de tirs laser
- l'ajout d'une attaque chimique après l'usinage laser

5.1. Variation de la forme des trous en fonction de la puissance laser et du nombre d'impulsions laser

Cette étude a pour objectif d'analyser la variation de la forme des trous en fonction de la densité de puissance de l'impulsion laser (et pour cela, nous modifions la puissance moyenne laser) et le nombre d'impulsion laser (c'est-à-dire continuer l'usinage laser même après avoir débouché sur toute l'épaisseur du matériau).

L'échantillon utilisé est à base de SI-GaAs de WT (croissance VGF, épaisseur de 530 μm). Plusieurs lignes de trous ont été usinées en faisant varier la puissance et le nombre de tirs laser. La *figure IV-16* présente une photographie de cet échantillon.

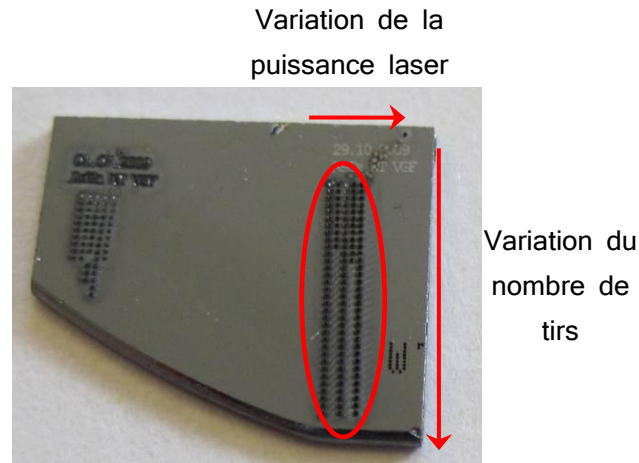


Figure IV-16 : Photographie de l'échantillon usiné en faisant varier la puissance et le nombre de tirs laser (GaAs WT VGF)

Le tableau IV-1 donne les puissances et le nombre de tirs testés pour les lignes cerclées en rouge sur la photographie précédente (en partant de la gauche vers la droite).

Tableau IV- 1 : Puissance laser et nombre de tirs laser testés

1 W	1 W	1,5 W	1,5 W	1,85 W
10 à 450 tirs	500 à 1000 tirs	10 à 350 tirs	400 à 1000 tirs	140 à 1000 tirs

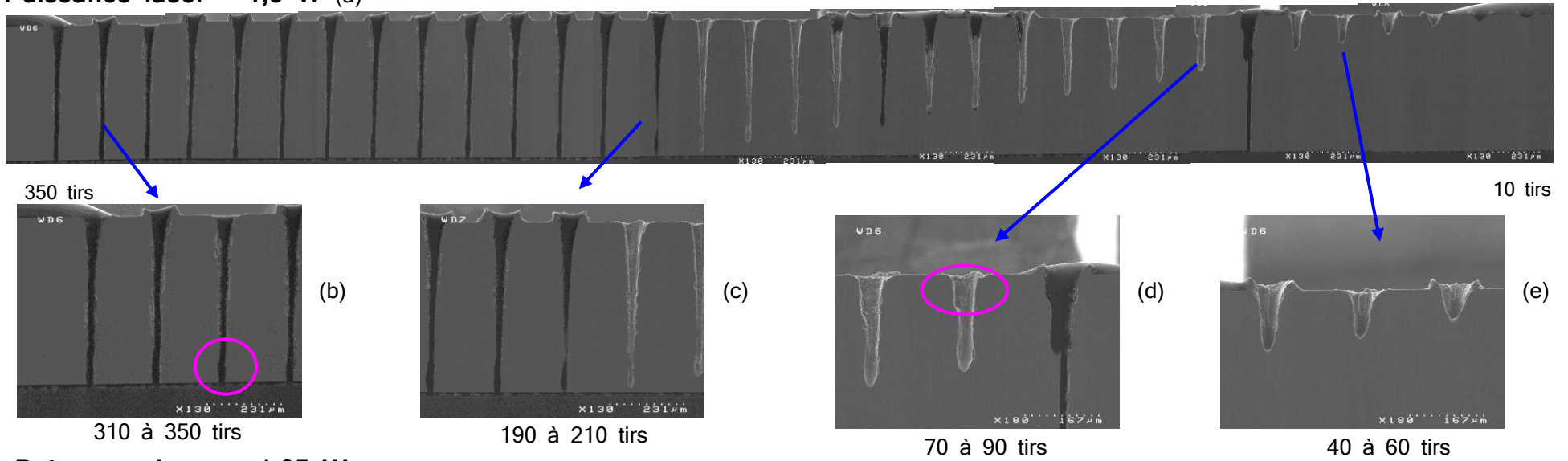
L'échantillon a été poli par la tranche (polissage mécanique) afin d'atteindre le centre des trous. Deux lignes de trous ont été ainsi observées au MEB : 1,5 W / 10 à 350 tirs et 1,85 W / 140 à 1000 tirs.

La variation du nombre de tirs évolue de la manière suivante :

- pour la ligne à 1,5 W : de 10 à 310 tirs par pas de 10, puis 330 et 350 tirs.
- pour la ligne à 1,85 W : de 140 à 330 tirs par pas de 10, puis de 350 à 900 tirs par pas de 50 tirs, puis 1000 tirs.

La figure IV-17 présente les images obtenues avec un MEB HITACHI 4100 des deux lignes de trous, ainsi que des zooms effectués sur certains trous. Le nombre de tirs est décroissant de la gauche vers la droite.

Puissance laser = 1,5 W (a)



Puissance laser = 1,85 W (f)

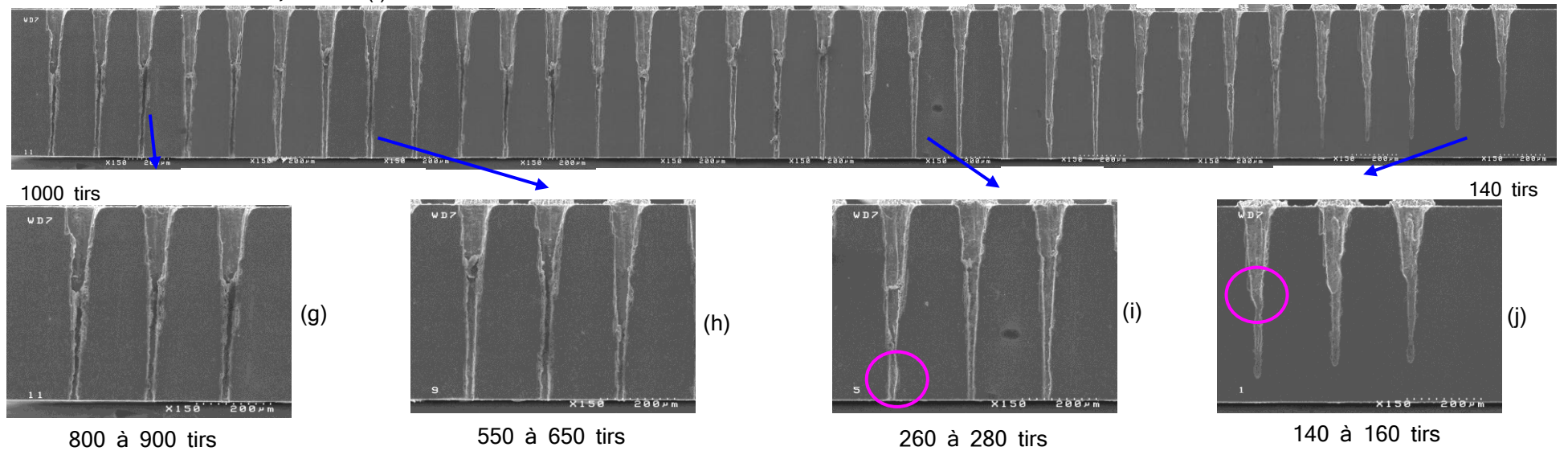


Figure IV-17 : Images MEB des lignes de trous et zoom sur certains trous pour (a), (b), (c), (d) et (e) 1,5 W et (f), (g), (h), (i) et (j) 1,85 W

Différentes observations ont été extraites des photographies et des mesures prises sous MEB. Nous les résumerons ici, en les regroupant pour chaque puissance testée. Pour rappel, l'erreur relative sur une mesure est d'environ 10%.

Pour la puissance de 1,5 W :

- le diamètre des trous en entrée est compris entre 50 et 75 μm , tandis que celui en sortie est compris entre 18 et 30 μm . Les trous sont donc encore une fois très coniques. Ces valeurs ne sont pas distribuées uniformément sur la ligne de trous, c'est-à-dire que le diamètre n'augmente pas progressivement avec le nombre de tirs.
- en entrée du laser, nous pouvons voir la matière resolidifiée autour des trous.
- dès les premiers tirs et jusqu'à 170 tirs, nous observons un épaulement (diminution brusque du diamètre) situé au premier 1/3 de la profondeur du trou (cercle rose sur la *figure IV-17 (d)*).
- à partir de 90 tirs, nous remarquons une légère augmentation puis une diminution du diamètre vers les 3/4 de l'épaisseur du matériau (cercle rose sur la *figure IV-17 (b)*).

Pour la puissance de 1,85 W :

- le diamètre des trous en entrée est compris entre 75 et 100 μm , tandis que celui en sortie est compris entre 10 et 25 μm . Les trous sont toujours très coniques et les valeurs de diamètres ne suivent pas la variation du nombre de tirs.
- sur la face d'entrée du laser, nous pouvons également voir la matière resolidifiée autour des trous.
- nous retrouvons un épaulement dans le diamètre jusqu'à 400 tirs laser (cercle rose sur la *figure IV-17 (j)*).
- vers la sortie du trou, nous observons une réaugmentation puis une diminution du diamètre du trou entre 220 et 600 tirs (cercle rose sur la *figure IV-17 (i)*).
- au-delà de 600 tirs, les trous sont juste coniques.

Des précautions sont à prendre sur ces résultats. Il est difficile d'être absolument sûr d'avoir poli l'échantillon jusqu'au centre exact des trous.

Nous avons déterminé un rendement de matériau ablaté en fonction du nombre de tirs pour chaque puissance. La *figure IV-18* présente les courbes obtenues.

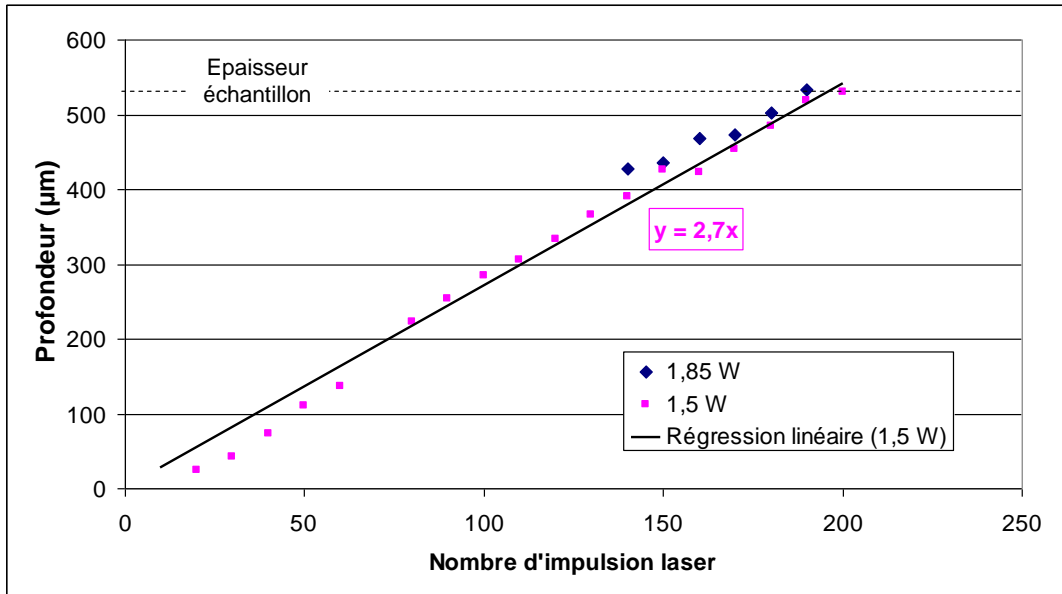


Figure IV-18 : Epaisseur de GaAs ablaté en fonction du nombre de tirs laser pour les puissances de 1,5 et 1,85 W

Avec une régression linéaire, nous trouvons un rendement de 2,7 µm de matériau ablaté par tir laser pour la puissance de 1,5 W (et de 2,9 µm pour 1,85 W, non représenté dans la figure précédente). Nous observons un phénomène de saturation.

Plusieurs conclusions de cette étude ont été tirées. Tout d'abord, la conicité des trous ne semble pas du tout varier avec la puissance laser et le nombre de tirs. Seul le diamètre d'entrée, en moyenne, augmente avec la puissance. Avec les deux puissances testées, nous avons observé un épaulement du diamètre au niveau du 1/3 de l'épaisseur des trous et une légère augmentation puis diminution du diamètre (en moyenne le diamètre passe de 20 à 30 puis de nouveau 20 µm) vers la fin du trou (comme sur le premier essai d'usinage du GaAs). Avec la puissance à 1,85 W et un grand nombre de tirs laser (plus de 600), on tend à effacer ces formes et garder juste la conicité dans le premier tiers de l'épaisseur du matériau. Une hypothèse avancée, mais non vérifiée, est d'attribuer ces variations de diamètre à des effets dus à la polarisation du laser.

L'augmentation de la puissance laser ne permet donc pas la réduction de la conicité des trous. Le choix de la puissance laser doit rester un compromis entre un usinage efficace (durée, débouchage sur l'épaisseur), le diamètre de trou voulu et les dégradations causées à la surface du matériau usiné.

L'augmentation du nombre de tirs laser affecte peu la conicité des trous. Elle semble cependant la lisser et réduire certains effets de l'ablation laser, tel que des brusques changements de diamètre.

D'autres voies d'amélioration de l'usinage par laser nanoseconde sont envisagées afin de réduire la conicité des trous. Parmi elles, nous pouvons citer un changement de polarisation du laser (circulaire au lieu de rectiligne) et/ou du point de focalisation (vers le milieu de l'épaisseur du matériau et non sur la surface). Un usinage sous vide ou une modification de la

cadence (par exemple envoyer un certain nombre d'impulsions laser, puis passer au trou suivant, avant de revenir sur le premier et cela jusqu'à déboucher totalement) sont également proposés pour laisser le temps à la matière ablatée et le plasma de sortir du trou. Enfin, l'utilisation d'une couche sacrificielle de matériau pourrait aussi résoudre ce problème de conicité.

5.2. Influence d'une gravure chimique

L'idée initiale de cette étude est d'ajouter une gravure supplémentaire à la suite de l'usinage laser pour :

- réduire la conicité en essayant de d'augmenter le diamètre des trous
- supprimer la surface dégradée par l'usinage laser sur les flancs des trous (matière resolidifiée et/ou ZAT)

Une gravure plasma (ou même RIE) ne peut être envisagée à cause de l'épaisseur du matériau (ces méthodes ne gravent pas au-delà de 300 μm). Pour cela, nous avons testé une attaque chimique. Toutefois, il faut rappeler que la gravure chimique doit être choisie en fonction du matériau à graver et est sélective à l'état de surface.

L'échantillon utilisé pour cette étude est à base de SI-GaAs de WT (croissance LEC, épaisseur 500 μm). Pour cet échantillon, des matrices de 2 x 2 trous ont été usinées par laser. La *figure IV-19* propose une photographie de cet échantillon. L'échantillon a ensuite été découpé en 4 morceaux égaux.

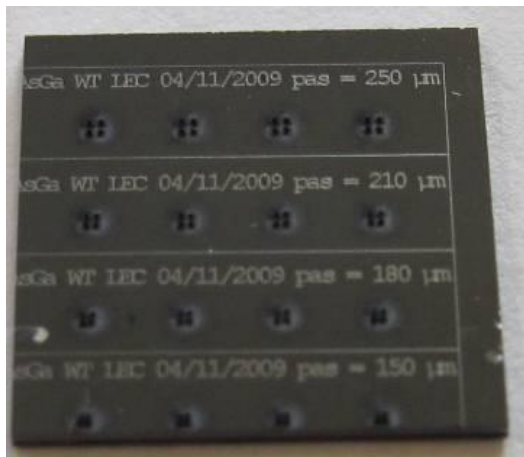


Figure IV-19 : Echantillon de GaAs WT LEC usiné par laser et utilisé pour l'étude sur l'influence d'une attaque chimique

Deux attaques chimiques ont été testées :

- un mélange acide phosphorique-acide sulfurique $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$. Ce mélange est utilisé pour décoller les couches d'AlGaAs sur un substrat de GaAs. L'échantillon est plongé dans ce bain pendant 1 min 30, ce qui nous permet d'essayer une attaque rapide.

- l'acide citrique $C_6H_8O_7/H_2O_2/H_2O$. L'échantillon est plongé dans ce bain pendant 7 min, ce qui nous donne une attaque très douce.

Les attaques se sont déroulées à température ambiante. La durée a été calculée selon les vitesses de ces gravures afin d'enlever environ 5 μm de matière.

Les échantillons ont ensuite été observés sous binoculaire optique. Une mesure de l'épaisseur a été faite :

- échantillon témoin (pas d'attaque chimique), épaisseur de 530 μm .
- échantillon avec acide phosphorique-acide citrique, épaisseur de 510 μm . La surface de l'échantillon n'est pas abîmée.
- échantillon avec acide citrique, épaisseur de 520 μm . La surface est très abîmée, l'attaque chimique a révélé des rayures. Les trous semblent avoir été agrandis.

Les gravures chimiques semblent avoir gondolé les échantillons : la mesure de l'épaisseur n'est pas homogène sur tout l'échantillon.

Chaque échantillon a ensuite été poli mécaniquement par la tranche, nettoyé au plasma O_2 puis observé avec un MEB HITACHI 4100 (en mode électrons secondaires). La *figure IV-20* présente des images MEB de la tranche des trois échantillons.

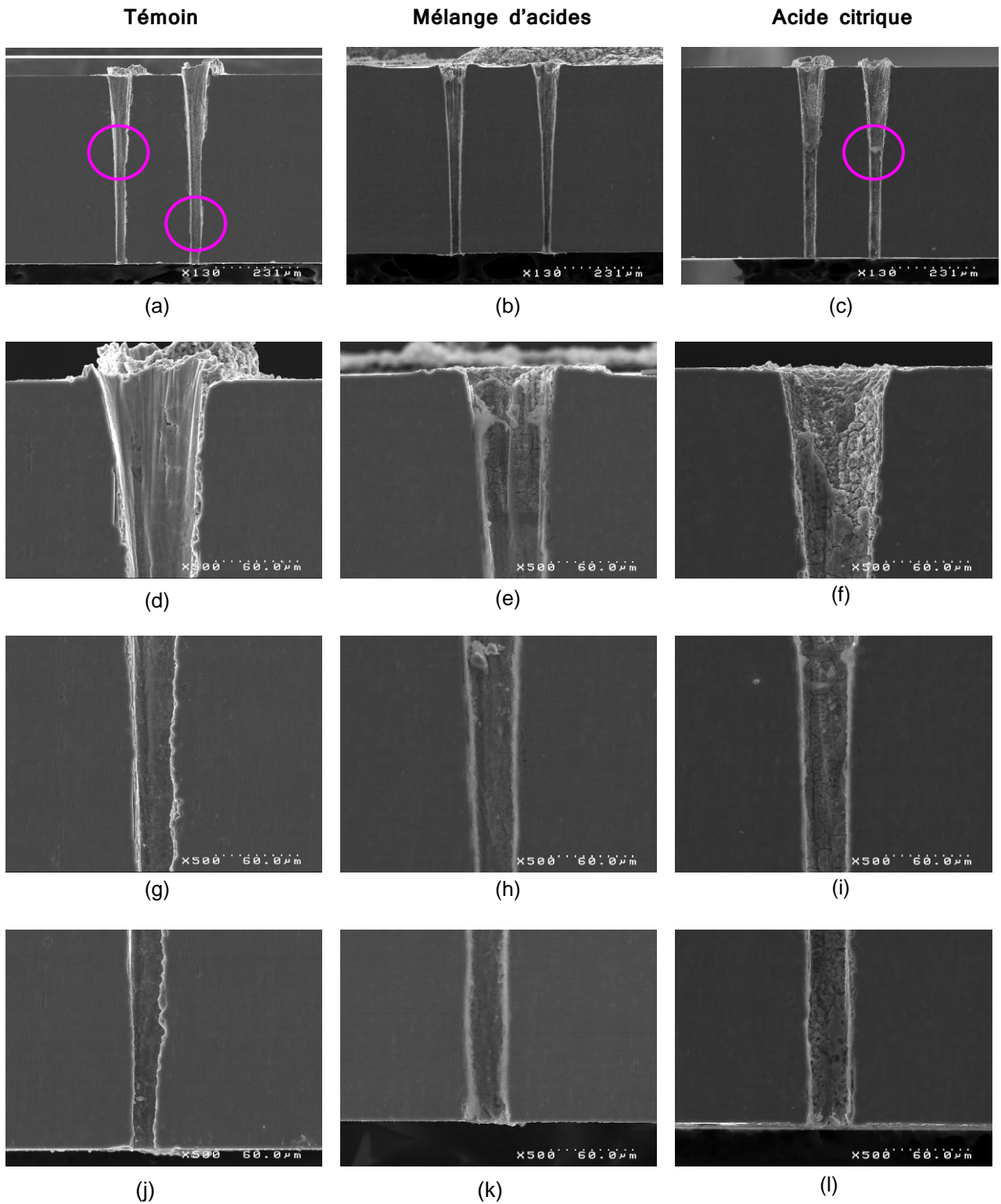


Figure IV-20 : Images MEB de la tranche et zooms sur le haut, le milieu et le bas d'un trou pour (a), (d), (g) et (j) le GaAs témoin, pour (b), (e), (h) et (k) le GaAs gravé avec acide phosphorique - acide sulfurique et pour (c), (f), (i) et (l) le GaAs gravé avec l'acide citrique

Nous allons détailler les observations et les mesures faites sous MEB pour chaque échantillon. Encore une fois, nous tenons à rappeler qu'il y a 10% d'erreur sur la mesure et que l'arrêt au centre exact des trous pendant le polissage n'est pas garanti.

Pour l'échantillon témoin :

- une épaisseur de 530 μm a été mesurée.
- nous pouvons voir sur la *figure IV-20 (a)* les mêmes épaulements (changements brusques de diamètre, cercles roses sur la figure) que dans les précédentes observations. Ces épaulements se répètent pour l'ensemble des trous.
- le diamètre mesuré des trous vaut (en entrée / milieu / sortie) : 60-70 / 30 / 15-20 μm .
- des stries sont visibles dans le haut des trous (*figure IV-20 (d)*).
- l'état de surface à l'intérieur du trou devient très rugueux vers la fin des trous (*figure IV-20 (j)*).
- des micro-fissures sont présentes le long des trous. Leur largeur est de l'ordre de quelques nanomètres.

Pour l'échantillon gravé avec le mélange acide phosphorique-acide sulfurique :

- une épaisseur de 510 μm a été mesurée.
- nous n'observons pas d'épaulement le long des trous (*figure IV-20 (b)*)
- la gravure chimique a agrandi les micro-fissures, leur largeur est comprise entre 500 et 600 nm.
- le diamètre mesuré des trous vaut (en entrée / milieu / sortie) : 60-70 / 30 / 20 μm . Les trous ont été légèrement agrandis.
- l'état de surface à l'intérieur du trou reste rugueux vers la fin des trous (*figure IV-20 (k)*).

Pour l'échantillon gravé avec l'acide citrique :

- une épaisseur de 530 μm a été mesurée.
- nous n'observons pas d'épaulement le long des trous. Par contre, nous avons noté la présence d'amas de matière (peut-être dû au polissage) situé au niveau habituel de l'épaulement (cercle rose sur la *figure IV-20 (c)*).
- les micro-fissures ont été encore plus agrandies par la gravure chimique, leur largeur mesurée est supérieure à 1 μm .
- le diamètre mesuré des trous vaut (en entrée / milieu / sortie) : 70-80 / 35 / 30 μm .

L'ajout d'une attaque chimique après l'usinage laser permet bien une réduction de la conicité. En particulier dans le cas de l'acide citrique, le diamètre mesuré en sortie passe de 20 à 30 μm . Visuellement, les trous sont plus droits et la gravure chimique permet de « lisser » la conicité (plus de changement brusque de diamètre).

Cependant, les attaques chimiques testées ont montré une tendance à accentuer les dégradations de surface causées par le laser (micro-fissures), alors qu'on espérait une suppression de ces zones. Ces défauts de surface semblent être des directions préférentielles pour la gravure chimique. Or, dans le cas de la géométrie 3D, ces défauts sont susceptibles de réduire l'efficacité de collecte des charges (pièges pour les charges) et d'augmenter le courant d'obscurité du détecteur. Pour ces raisons, afin de nettoyer les flancs des trous, une gravure plus directionnelle sera préférable.

6. Connexion du détecteur 3D au circuit électronique

Dans la fabrication d'un détecteur 3D, plusieurs étapes techniques se suivent :

- l'usinage des électrodes, par laser nanoseconde.
- le dépôt d'un contact métallique sur les flancs des trous. Des essais précédents, nous avons montré que la méthode electroless permettait ce dépôt. La pulvérisation et l'évaporation seront testées dans le chapitre V.
- la connexion du détecteur à un circuit de lecture.

C'est cette dernière étape que nous allons décrire dans les paragraphes suivants.

Deux essais de connexion ont été réalisés : via l'insertion de fils métalliques dans les trous et via le remplissage des trous par un métal liquide et la soudure d'un fil d'or (appelé wire-bonding).

6.1. Connexion via l'insertion de fils métalliques

Le but de la connectique développée pour cet essai est d'être rapide et adaptable.

Le protocole suivant a été effectué sur plusieurs échantillons. Tout d'abord, nous insérons manuellement un fil métallique dans chaque trou usiné. L'usinage laser rendant les trous coniques, le diamètre du fil est fixé par la dimension la plus petite du diamètre (soit en sortie du laser). Plusieurs métaux peuvent être utilisés, tel que l'or ou un alliage cuivre-béryllium. Côté petit diamètre, chaque fil est isolé par rapport aux autres avec de l'adhésif isolant. Le détecteur est ensuite fixé sur une plaque en époxy. Les fils, côté gros diamètre, sont soudés un par un à une broche métallique en tendant le fil afin d'assurer un maximum de contacts avec le flanc du trou. Nous nous servons ensuite des broches pour relier l'ensemble à des connecteurs BNC ou directement à un circuit intégré. La *figure IV-21* présente des photographies d'un détecteur 3D en GaAs avec insertion de fils d'or de 50 μm de diamètre et d'un détecteur 3D en CdTe avec des fils d'or de 25 μm de diamètre.

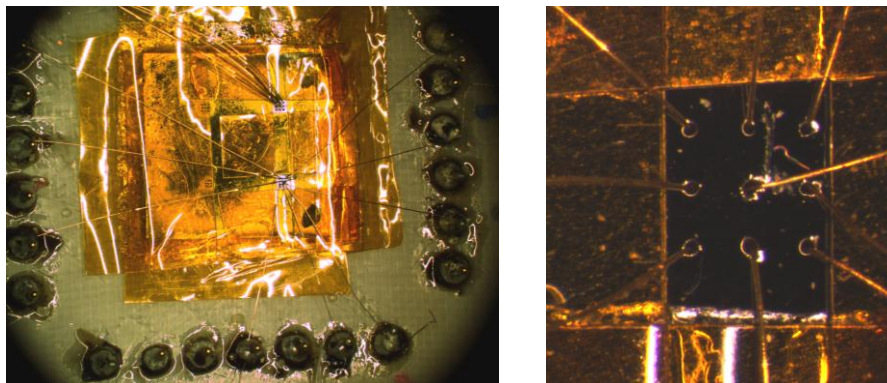


Figure IV-21 : Photographies de détecteurs 3D en GaAs et CdTe avec fil d'or

Cette connectique permet un contact électrique entre les trous et le circuit de lecture acceptable, dans le cas où l'électrode déposée sur les flancs des trous forme un contact

homogène. Cependant, la conicité des trous rend difficile l'insertion des fils. De plus, pour un pas petit entre les électrodes, elle n'est pas utilisable.

6.2. Connexion via le remplissage des trous par un métal liquide

Dans l'idée de connecter une grande matrice avec un faible pas entre les trous (perspective de ces travaux), la méthode décrite précédemment ne convient pas. Nous avons réfléchi alors à une connectique plus complexe.

Le principe de la connectique développée dans cet essai est le suivant : remplir les trous avec un métal liquide, puis souder un fil du trou rempli vers un circuit électronique. Ces deux étapes remplacent le fil métallique utilisé dans la section 6.1.

Idéalement, le métal doit être liquide à basse température ($<100\text{ }^{\circ}\text{C}$) afin de ne pas chauffer fortement le semi-conducteur. Il doit permettre également une bonne conduction électrique. Des contraintes existent sur sa capacité à rentrer dans les trous (mouillabilité) et sur le stress mécanique dans le matériau engendré par sa resolidification (dilatation thermique).

La seconde partie de cette méthode, appelée micro-câblage filaire (wire-bonding en anglais), est extrêmement développée en micro-électronique. Elle consiste à souder un fil métallique (diamètre compris entre 15 et 35 μm) entre deux plots métalliques. Dans notre cas, la soudure s'effectue sous vibrations ultrasonores qui permettent l'abrasion du plot et du fil et la réalisation de la liaison métallurgique entre les deux.

Nous avons simulé ce procédé avec de la laque d'argent. La *figure IV-22* présente des photographies de l'échantillon en GaAs connecté avec la laque d'argent et des fils d'or.

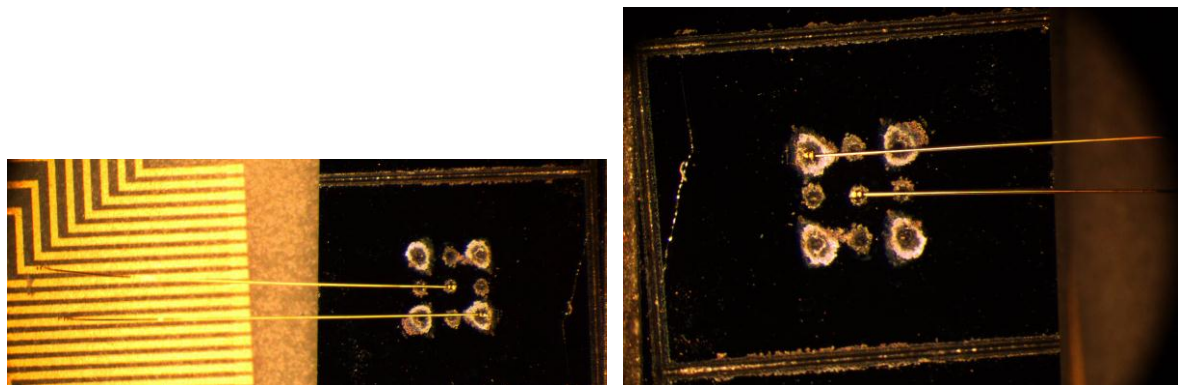


Figure IV-22 : Photographies d'une matrice de trous usinée dans du GaAs et remplie de laque d'argent

La laque d'argent est bien rentrée dans les trous. Par contre, elle a tendance à polluer la surface du matériau. Afin d'éviter un court-circuit, il faut prévoir un polissage supplémentaire de la surface. De plus, la laque d'argent est un métal trop ductile, ce qui ne facilite pas la soudure du fil dessus.

Cet essai démontre la faisabilité technique de la connexion des détecteurs 3D avec remplissage des trous par un métal liquide et micro-câblage filaire. Dans un développement futur de grande matrice de trous, c'est ce type de connectique qui sera à exploiter, avec un alliage eutectique (remplissage par galvanisation par exemple) et une connexion typique de la micro-électronique (flip chip, bump-bonding)

Cependant, pour des raisons pratiques, et dans le cadre de tests rapides de détecteurs 3D, nous avons opté dans la suite de ce travail pour l'insertion de fils métalliques dans les trous.

Conclusion

La réalisation d'un détecteur 3D passe par la maîtrise de la gravure des trous pour les électrodes dans le matériau semi-conducteur. Ce chapitre a été consacré aux différentes caractérisations de l'usinage choisi dans le cadre de ces travaux de thèse.

Plusieurs techniques d'usinage ont été envisagées (mécanique, chimique, plasma, RIE-ICP, laser). Afin de répondre aux conditions de gravure d'un grand rapport d'aspect et d'indépendance vis-à-vis du matériau, seul l'usinage laser semble pertinent. Pourtant, la gravure par laser est aussi lourde de conséquences : dégradations de surfaces (micro-fissures, ZAT, matière resolidifiée autour et sur les flancs des trous) et conicité des trous.

L'usinage laser a été réalisé au sein du LILM (CEA-Saclay). Un banc d'usinage a été monté et un laser Nd : YLF (durée d'impulsion de 41 ns, longueur d'onde de 263 nm, cadence de 3 kHz) a été utilisé.

Nous avons démontré la capacité du laser à usiner un grand rapport d'aspect (50 : 1), ainsi qu'un grand nombre de trous (matrice de 60 000 trous). L'usinage du SI-GaAs a été également démontré, avec un rapport d'aspect voulu de 5 : 1. Cette étude a montré la très forte conicité des trous : le diamètre est divisé par quatre (de 80 à 20 μm) sur les 300 premiers micromètres d'épaisseur de matériau puis reste constant. Elle a aussi prouvé la bonne répétabilité de l'usinage laser.

Plusieurs analyses ont été effectuées sur des échantillons de SI-GaAs. Pour cela, différents modes d'imagerie de microscopie électronique à balayage ont été utilisés.

L'analyse topographique (mode électrons secondaires) a révélé la présence de micro-fissures autour des trous et sur la surface des trous.

L'analyse chimique (mode électrons rétrodiffusés) a permis de montrer qu'il n'y avait pas de contamination chimique du matériau après usinage laser.

Enfin, l'analyse cristallographique (mode diffraction des électrons rétrodiffusés) démontre que le SI-GaAs reste monocristallin sans désorientation cristalline autour du trou. La présence de la Zone Affectée Thermiquement par le laser n'est donc pas mise en évidence. Il est important de noter que ces résultats ont été obtenus pour un échantillon ayant subi des procédés techniques outre l'usinage laser (désoxydation chimique et dépôt de contact

métallique). Il est tout-à-fait possible que ces procédés aient supprimé une zone du matériau usiné. Cette étude est donc à refaire sur un échantillon ayant été uniquement gravé par laser.

Deux tentatives pour réduire la conicité des trous ont été présentées.

La variation de la puissance laser et du nombre de tirs laser n'entraîne pas de modification dans la conicité des trous. Nous avons pu calculer un rendement de matière ablatée en fonction du nombre de tirs, paramètre qui sature avec la puissance (2,8 μm / impulsion laser entre 1,5 et 1,85 W). Le choix de la puissance et du nombre de tirs doivent donc rester un compromis entre un usinage efficace (vitesse, épaisseur à traverser, diamètre en entrée voulu) et les dégradations de l'état de surface que le laser provoque.

L'influence d'une gravure chimique supplémentaire après l'usinage laser a également été étudiée. La gravure par acide citrique permet une réduction de la conicité mais dégrade encore plus fortement l'état de surface des trous. L'ajout d'une gravure, plus directionnelle que la gravure chimique est cependant une idée intéressante pour supprimer les zones endommagées par le laser.

D'autres améliorations sur l'usinage laser sont envisagées. Au niveau du laser, un passage de la polarisation rectiligne à circulaire [Klimentov, 1999] et une modification du point de focalisation sur le matériau (au milieu de l'épaisseur du matériau au lieu de la surface) sont en cours de considération. En ce qui concerne le protocole, un usinage sous vide et une meilleure distribution de la cadence des tirs laser, afin de laisser le temps à la matière ablatée de s'évacuer des trous, ont également été proposés. L'utilisation d'une couche sacrificielle de 200-300 μm d'épaisseur de matériau serait une autre solution possible. Enfin, un passage en usinage par laser femtoseconde serait un ultime recours.

Pour finir, deux connectiques ont été développées au cours de cette thèse. La première, basée sur l'insertion manuelle de fils métalliques dans les trous, permet un contact électrique correct entre les trous et un circuit de lecture. Cette méthode a été utilisée pour tester rapidement nos dispositifs 3D. La deuxième méthode consiste à remplir les trous par un métal liquide, en l'occurrence la faisabilité a été démontrée par la simulation du procédé avec de la laque d'argent, et de relier ensuite les trous au circuit électronique par micro-câblage filaire. Plus complexe, c'est cette méthode qu'il faudra développer pour de futurs détecteurs 3D avec un grand nombre de trous et un faible pas entre les trous.

Pour un développement futur (grande surface de détection jusqu'à 43x43 cm^2), une réflexion sur la parallélisation de l'usinage laser est obligatoire, si l'on souhaite conserver cette méthode pour l'usinage des détecteurs 3D. Actuellement, il faudrait compter 100 jours pour usiner 16 millions de trous au pas de 100 μm (pas moyen en radiographie) à raison d'une demie seconde par trou, ce qui n'est pas acceptable.

Chapitre V

Réalisations et caractérisations de détecteurs 3D à base de CdTe et de GaAs semi-isolant

1. Développement d'un détecteur 3D à base de CdTe:Cl.....	148
1.1. Description de l'échantillon	149
1.2. Caractéristiques courant- tension	151
1.3. Mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ	154
1.3.1. Description du banc expérimental	154
1.3.2. Spectres en énergie.....	155
1.3.3. Evolution des spectres en énergie avec la tension de polarisation	156
1.4. Mesures spectrométriques sous irradiation de rayons X synchrotron.....	160
1.4.1. Description du banc expérimental	160
1.4.2. Efficacité de détection	161
1.4.3. Evolution des spectres en fonction de la position du faisceau	162
1.4.4. Efficacité d'induction des charges (CIE)	164
1.5. Synthèse	169
2. Réalisation d'un détecteur 3D à base de GaAs semi-isolant	170
2.1. Description de l'échantillon	170
2.1.1. Usinage par laser	170
2.1.2. Dépôt des électrodes.....	171
2.1.3. Connexion au circuit électronique.....	173
2.2. Caractéristiques courant - tension	173
2.3. Mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ	176
2.2.1. Description de la chaîne d'acquisition	176
2.2.2. Analyse des résultats	176
2.4. Synthèse	178
Conclusion.....	178

Les objectifs de cette thèse étaient de développer une nouvelle génération de détecteur de rayons X (application visée : radiographie numérique X avec une énergie moyenne de 50 keV) en mode comptage avec un matériau semi-conducteur différent du CdTe / CdZnTe, en l'occurrence le GaAs semi-isolant choisi après une étude bibliographique. Ces détecteurs s'accompagnent d'une nouvelle architecture, la géométrie 3D (électrodes structurées dans le volume du matériau), rendant théoriquement possible l'utilisation du SI-GaAs pour ces énergies d'application.

Pour mémoire, l'imagerie médicale impose une excellente absorption des photons dans le détecteur afin d'utiliser au mieux la dose envoyée sur le patient, ce qui induit une épaisseur d'1 mm pour le SI-GaAs (voir chapitre II). Or les propriétés de transport des charges de ce matériau, et en particulier les faibles durées de vie, conduisent à une faible sensibilité en comptage des photons d'un détecteur à base de SI-GaAs en structure planaire (électrodes déposées sur la surface du semi-conducteur), structure d'ordinaire utilisée pour ce type de détecteur. En permettant le rapprochement des électrodes tout en conservant l'épaisseur nécessaire de matériau, la géométrie 3D s'affranchit des faibles propriétés de transport du matériau et devrait permettre l'obtention d'un détecteur sensible en comptage des photons et efficace pour la collecte des charges.

Une série de procédés techniques entrent en jeu dans la réalisation d'un détecteur 3D. Le choix du matériau constitue la première étape et a été présenté dans le chapitre III. Puis, la géométrie 3D implique un usinage des électrodes, qui a été étudié dans le chapitre IV. Le dépôt de contact métallique sur les flancs des trous, afin de former l'électrode, est l'étape suivante. Dans le chapitre III, plusieurs méthodes de dépôt et types de contact ont été testés en structure planaire sur le GaAs. Il a été également montré dans le chapitre IV que la technique par électroless rentre bien dans les trous. Les dépôts par pulvérisation et évaporation pour la géométrie 3D seront présentés dans ce chapitre. Enfin l'étape finale consiste en la connexion des électrodes à un circuit électronique de lecture et a été aussi développée dans le chapitre IV.

Ce chapitre va présenter l'aboutissement de ces travaux de thèse avec la conception d'un détecteur 3D à base de SI-GaAs. Mais avant cela, nous montrerons les résultats obtenus avec un premier détecteur 3D à base de CdTe:Cl, réalisé afin de permettre l'évaluation expérimentale de la géométrie 3D et la validation d'un outil de simulation développé dans des travaux antérieurs à cette thèse. Ce détecteur démontrera la faisabilité technique et le fonctionnement des détecteurs 3D. Enfin, nous finirons par les premiers résultats obtenus avec le détecteur 3D à base de SI-GaAs, en passant par plusieurs problèmes techniques rencontrés.

1. Développement d'un détecteur 3D à base de CdTe:Cl

La réalisation d'un détecteur 3D à base de CdTe a pour objectif de permettre l'évaluation expérimentale de la géométrie. Des simulations [Ruat, 2009], développées dans

des travaux précédents (et qui sont plus explicitées dans le chapitre II, section 2.3) ont montré que les performances de la géométrie 3D sont limitées par les plus mauvaises propriétés de transport du matériau. L'efficacité de collecte des charges est également meilleure pour un matériau avec des propriétés de transport des charges identiques. Le choix du CdTe:Cl comme matériau test s'est imposé car il possède des propriétés de transport des trous meilleures que celles du CdZnTe (matériau testé en simulation). De plus, il s'agit du semi-conducteur le plus disponible, connu et maîtrisé (notamment au niveau des électrodes) au sein du laboratoire.

Cependant, les propriétés de transport des électrons dans le CdTe:Cl sont nettement plus fortes que celles des trous. Nous ne nous attendons donc pas à mesurer de bonnes performances avec notre détecteur 3D à base de CdTe par rapport à la structure planaire avec ce matériau.

Dans cette section, nous présenterons tout d'abord notre échantillon, puis les différentes caractérisations réalisées : caractéristiques courant-tension, mesures spectrométriques sous irradiation de photons gamma et de rayonnement X synchrotron.

1.1. Description de l'échantillon

Le matériau utilisé dans le cadre de cet essai est du CdTe dopé au Cl, fourni par Acrorad. Les propriétés de transport des charges sont estimées à [Gros d'Aillon, 2005] :

- pour les électrons : mobilité $\mu = 1000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$
durée de vie $\tau = 1 \text{ }\mu\text{s}$
- pour les trous : mobilité $\mu = 50 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$
durée de vie $\tau = 1 \text{ }\mu\text{s}$

Plusieurs matrices de 3 x 3 trous ont été usinées par laser (puissance moyenne laser de 1,7 W ; 6000 tirs laser) avec un pas de 350 μm entre les trous et un diamètre souhaité de 100 μm . Les trous obtenus sont circulaires et coniques. Le diamètre mesuré au microscope optique après polissage mécanique de la surface de l'échantillon (afin d'enlever la matière resolidifiée autour du trou) vaut 100 μm en entrée et est compris entre 35 et 45 μm en sortie.

Nous avons choisi ce pas et ce diamètre pour les trous pour principalement deux raisons. Tout d'abord, techniquement, un grand pas et un grand diamètre facilitent la connexion des électrodes au circuit de lecture et permettent ainsi un test rapide du détecteur. Ensuite, les propriétés de transport des charges dans le CdTe rendent possible l'utilisation de ces dimensions. L'ensemble de ces 9 trous constitue une cellule de détection.

Pour rappel, il faut différencier la notion de cellule et de pixel telle qu'on la connaît habituellement. Dans notre cas, les paramètres (pas entre les trous et épaisseur du matériau pour absorber les photons) de la cellule 3D sont fixés par les caractéristiques physiques du matériau (propriétés de transport et densité) et la connectique. Tandis que la dimension d'un pixel et le pas inter-pixel sont liés à l'application du détecteur. Un pixel peut donc être constitué d'une ou plusieurs cellules 3D.

Un dépôt d'or par électroless (selon la méthode décrite dans le chapitre III) a ensuite été effectué sur l'échantillon. Pour éliminer les risques de court-circuit, l'or déposé sur la surface du semi-conducteur a été enlevé avec plusieurs polissages mécaniques (poudre de diamant avec un grain de 3, 1 et 0,1 μm). Ces polissages permettent aussi de supprimer la matière resolidifiée autour des trous après l'usinage laser. Mais le risque est de reboucher les trous.

Enfin, pour connecter les électrodes, nous avons utilisé la méthode décrite dans la section 6.2 du chapitre IV, à savoir l'insertion manuelle de fil dans les trous. Le fil introduit n'est probablement en contact avec les flancs des trous qu'en certains points du trou. Sachant que l'électroless d'or forme un contact homogène avec le CdTe, nous attendons un contact électrique acceptable entre les électrodes et le circuit électronique. Dans notre cas, des fils d'or de 25 μm de diamètre ont été introduits dans les trous.

La *figure V-1* présente une photographie sous binoculaire optique de notre détecteur.

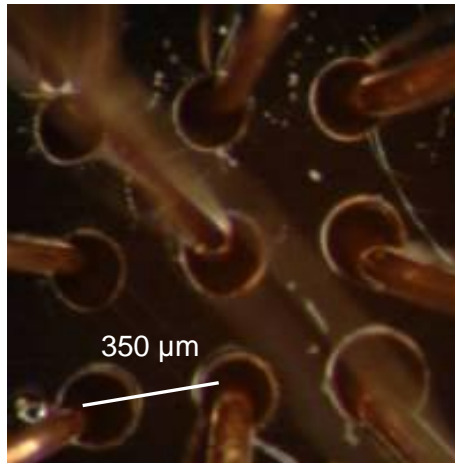


Figure V-1 : Photographie du détecteur 3D à base de CdTe

Plusieurs intérêts existent dans l'étude d'un détecteur 3D avec le motif décrit précédemment. En premier lieu, avec l'ensemble de la cellule, nous atteignons une surface de détection d'environ 0,5 mm². Une statistique suffisante dans la détection des photons, pour notamment réduire le bruit photonique, est alors attendue. Ensuite, avec cette matrice, nous avons pu tester deux configurations de polarisation (Losange et Carrée) et donc des distributions différentes du champ électrique dans le détecteur. La *figure V-2* présente des schémas de ces configurations.

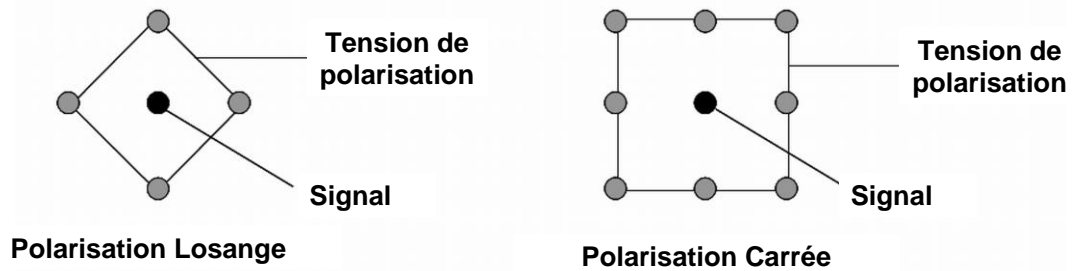


Figure V-2 : Schémas des configurations de polarisation du détecteur 3D

Avec le CdTe, les tensions de polarisation du détecteur sont négatives, afin de favoriser la collection des électrons. Pour les deux configurations, l'électrode centrale (ici l'anode) est utilisée pour mesurer le signal. La configuration losange est constituée d'une alternance de cathodes et d'anodes. Pour la configuration carrée, toutes les électrodes voisines de l'anode sont des cathodes. Cette configuration permet d'avoir une surface de détection deux fois plus grande que pour la configuration losange, mais la distribution du champ électrique sera moins uniforme avec notamment la présence de zones mortes dans les angles.

1.2. Caractéristiques courant-tension

La détermination de la caractéristique courant-tension du détecteur est nécessaire pour évaluer le bruit lié au courant d'obscurité du détecteur.

Dans le cas du détecteur 3D, trois sources de bruit devraient être prépondérantes :

- le courant d'obscurité inhérent au matériau. Le CdTe étant un matériau très résistif (quelques $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$), le courant d'obscurité résultant devrait être faible.
- les dégradations de surface causées par l'usinage laser. Elles risquent d'entraîner une hausse du courant d'obscurité du détecteur.
- la connectique utilisée. Les fils d'or pourraient rajouter un bruit capacitif.

Le banc expérimental utilisé est le même que celui décrit dans le chapitre III. Un picoampèremètre KEITHLEY 6517 A assure la polarisation du détecteur et la mesure du courant. La mesure s'effectue dans l'obscurité. Le courant a été mesuré en faisant varier la tension entre 0 et -50 V . Les résultats présentés dans la *figure V-3* ont été obtenus pour la configuration de polarisation Carrée. Les valeurs de tension et de courant sont données en valeur absolue et l'échelle pour le courant est logarithmique afin de faciliter la lecture de la courbe.

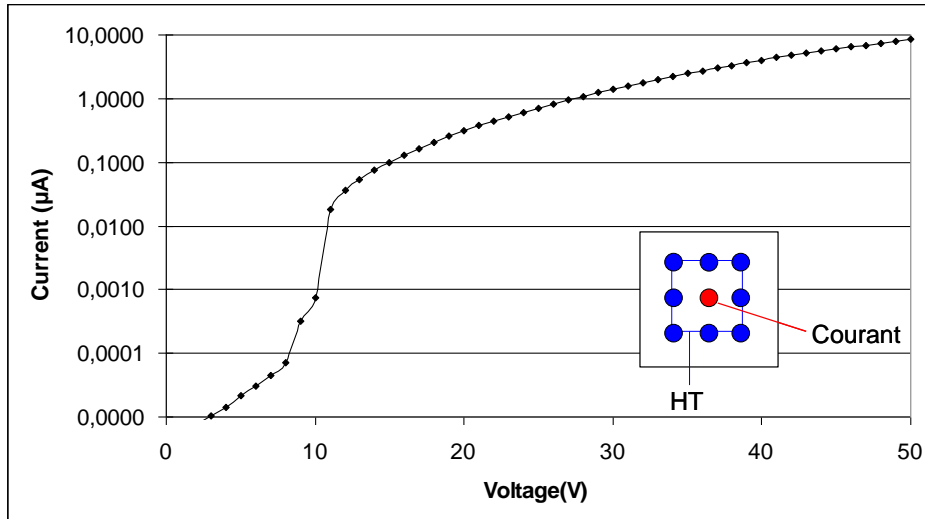


Figure V-3 : Caractéristique courant - tension pour le détecteur 3D à base de CdTe en polarisation Carrée

Le courant d’obscurité croît extrêmement rapidement après -8 V : il passe de $0,07$ nA à $0,7$ nA en incrémentant de 2 V. Nous observons un phénomène d’injection massive. Notre hypothèse est que cet effet est principalement dû aux importantes dégradations de surface engendrées par l’usinage laser. Avec ces fortes valeurs de courant d’obscurité, nous n’attendons pas de performance spectrométrique pour notre détecteur 3D.

La figure V-4 présente un zoom de la même caractéristique courant-tension entre 0 et -10 V.

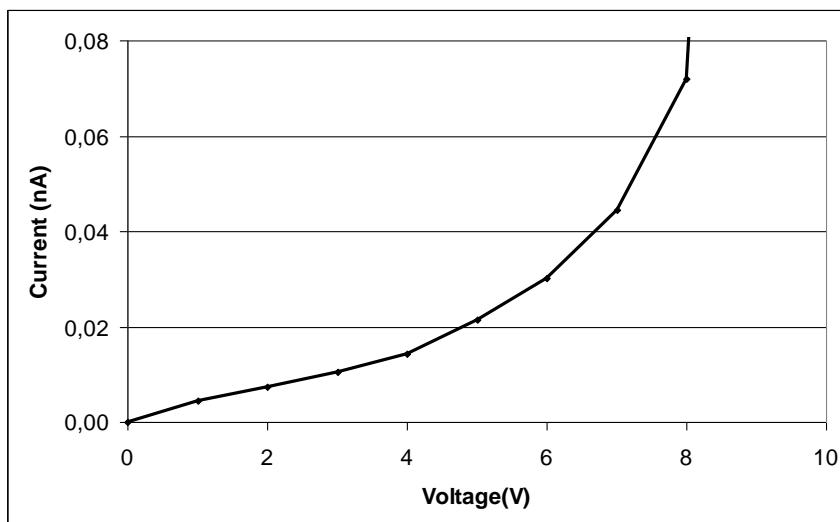


Figure V-4 : Zoom sur la caractéristique courant-tension du détecteur 3D à base de CdTe entre 0 et -10 V

Entre 0 et -4 V, nous observons un régime linéaire. Nous avons alors extrait la résistivité apparente du détecteur dans ce régime. Cependant, cette extraction ne se fait pas de manière aussi simple que pour la géométrie planaire, car le calcul de la distribution du champ électrique dans la géométrie 3D nécessite une résolution par méthode numérique. Pour cela,

nous avons utilisé le logiciel COMSOL, qui emploie la méthode des éléments finis [Internet @ 9]. Ceci nous permet une simulation de la géométrie et de la distribution du champ électrique.

La géométrie simulée est une matrice de 3 x 3 trous entourée d'une grande surface de CdTe non polarisé. Le logiciel COMSOL résout l'équation de Laplace suivante pour le potentiel électrostatique :

$$-\vec{\nabla}d.(\sigma\vec{\nabla}V) = J \quad (\text{V-1})$$

avec d : épaisseur du matériau (= 1,6 mm)

σ : conductivité électrique

V : potentiel électrique

J : densité de courant

La distribution du champ électrique est considérée constante avec l'épaisseur du matériau. COMSOL calcule donc une densité de courant que l'on intègre sur la surface de l'électrode. Nous cherchons alors la valeur de la résistivité pour laquelle les valeurs de courant simulée et expérimentale correspondent. La résistivité intrinsèque de notre détecteur 3D à base de CdTe:Cl vaut donc $6.10^9 \Omega.cm$, ce qui est un peu élevé.

Toujours d'après la *figure V-4*, nous observons ensuite un changement de pente entre -4 et -8 V, puis la brusque montée du courant après -8 V.

Nous avons ensuite estimé le bruit à la tension de polarisation de -20 V et à une énergie de 60 keV. Ce choix de tension de travail pour la suite des mesures est un compromis entre le bruit du détecteur et la nécessité d'une tension de polarisation suffisante pour le CdTe afin d'assurer une bonne collecte des charges.

D'après la *figure V-3*, le courant d'obscurité à -20 V vaut 300 nA, ce qui nous donne une charge Q de 0,3 pC pendant 1 μs (temps de mise en forme de l'amplificateur utilisé pour les mesures spectrométriques, voir section 1.3.1).

Le bruit est calculé par $\sqrt{\frac{Q}{q}}$ avec q la charge de l'électron. On obtient alors le bruit en électron RMS. Ce qui nous donne un bruit attendu de 1400 e-RMS, soit une résolution en énergie à mi-hauteur (FWHM) de 15 keV (soit 25% à 60 keV). La conversion entre le nombre d'électron et l'énergie en eV s'effectuant avec une division par l'énergie de création de paire (4,43 eV pour le CdTe).

La détermination de la caractéristique courant-tension du détecteur 3D à base de CdTe:Cl pour une configuration de polarisation Carrée nous a permis de montrer les fortes valeurs de courant d'obscurité de ce détecteur. Pour la configuration Losange, nous attendons des valeurs de courant d'obscurité moins élevées du fait de sa plus petite surface d'électrode qui nécessitera une plus faible tension de polarisation.

Nous avons pu extraire la valeur de la résistivité du détecteur, soit $6.10^9 \Omega.cm$. Enfin, nous avons également estimé une résolution en énergie attendue de 25% à 60 keV (contre 5% pour un détecteur planaire avec le même matériau). Ce qui démontre que le micro-usinage pour

réaliser la géométrie 3D dégrade fortement les performances spectrométriques naturelles du CdTe:Cl. Il ne nous semble pas évident de prévoir quelles seront les conséquences sur un détecteur 3D à base de SI-GaAs, matériau moins résistif que le CdTe.

1.3. Mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ

L'objectif de ces mesures spectrométriques est d'analyser le comportement du détecteur 3D sous irradiation de photons γ pour les deux configurations de polarisation. Deux sources gammas (^{241}Am et ^{57}Co) ont été utilisées, afin de vérifier la capacité du détecteur à discriminer les énergies. Enfin, l'influence de la tension de polarisation sur l'efficacité de détection a été étudiée.

1.3.1. Description du banc expérimental

Pour ces mesures, nous avons utilisé une chaîne d'acquisition spectrométrique déjà mise en place dans le laboratoire [Verger, 2004].

Une alimentation électrique haute-tension permet la polarisation du détecteur. Un filtre RC, placé entre l'alimentation et le détecteur, permet la suppression du bruit lié au générateur de tension. La valeur de la résistance du filtre (100 M Ω) n'est pas négligeable devant celle du détecteur. Il en résulte une différence de valeur entre la tension appliquée sur le détecteur et celle choisie sur l'alimentation. D'après la caractéristique courant-tension, une tension de -30 V correspond à une tension de -20 V appliquée sur le détecteur.

Le circuit électronique de lecture est constitué d'un préamplificateur de charge et d'un système de mise en forme (constante de temps de 1 μs) avec un gain de 12 mV/fC et un seuil de discrimination en énergie de 10 keV. La constante de temps n'est pas spécialement adaptée à notre signal. Le fort bruit et le temps de collecte supposé court dans le détecteur nécessiteraient une constante plus courte.

Une carte de traitement bi-paramétrique extrait l'amplitude du signal et son temps de montée, puis les code entre 0 et 10 V. Une carte d'acquisition ATEL les mesure et les transmet à un ordinateur. Dans notre cas, seule l'amplitude du signal est étudiée. Nous traçons l'histogramme de l'amplitude et déterminons ainsi le spectre détecté. La chaîne de lecture a été calibrée par injection de courant avec une capacité. Le bruit électronique de la chaîne vaut 165 e-RMS pour l'amplitude du signal [Gros d'Aillon, 2005], ce qui est négligeable par rapport au bruit de notre détecteur.

Le détecteur 3D à base de CdTe:Cl a été étudié pour les deux configurations de polarisation : losange et carrée. Dans les deux cas, la polarisation est appliquée aux cathodes et la mesure du signal s'effectue sur l'anode centrale.

Deux sources de photons γ ont été utilisées pour irradier le détecteur. La première, ^{241}Am (activité de 3,7 MBq au moment de la mesure), fournit entre autres des photons avec une énergie de 60 keV (36% de son émission). La seconde, ^{57}Co (activité 0,2 MBq au moment de la mesure), fournit des photons avec une énergie de 122 keV (85%).

La figure V-5 présente le schéma de la chaîne d'acquisition.

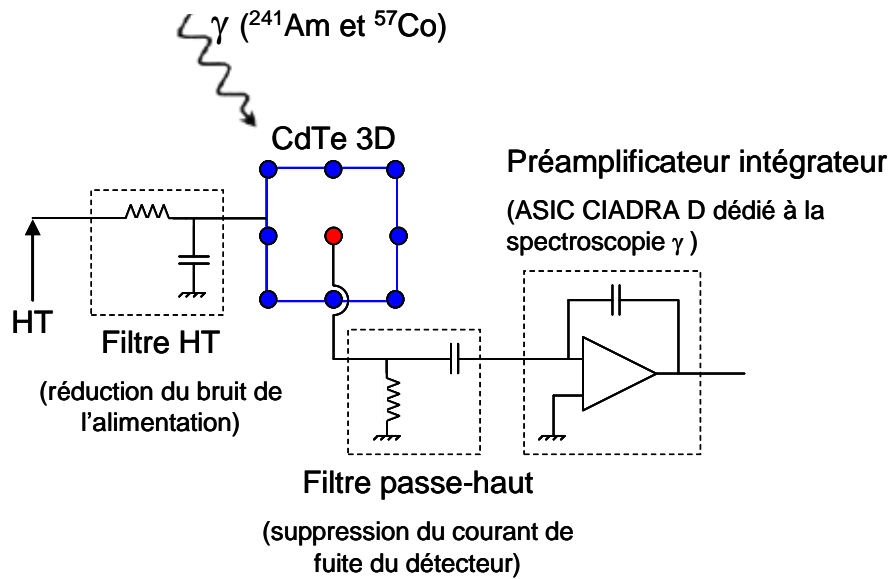


Figure V-5: Schéma de la chaîne d'acquisition utilisée pour les mesures spectrométriques sous rayonnement γ

1.3.2. Spectres en énergie

Le détecteur 3D est polarisé à -30 V. Une première mesure sans source gamma ne déclenche pas l'acquisition du signal : le bruit est donc inférieur au seuil de déclenchement.

La figure V-6 présente les spectres obtenus pour les deux configurations de polarisations et les deux sources.

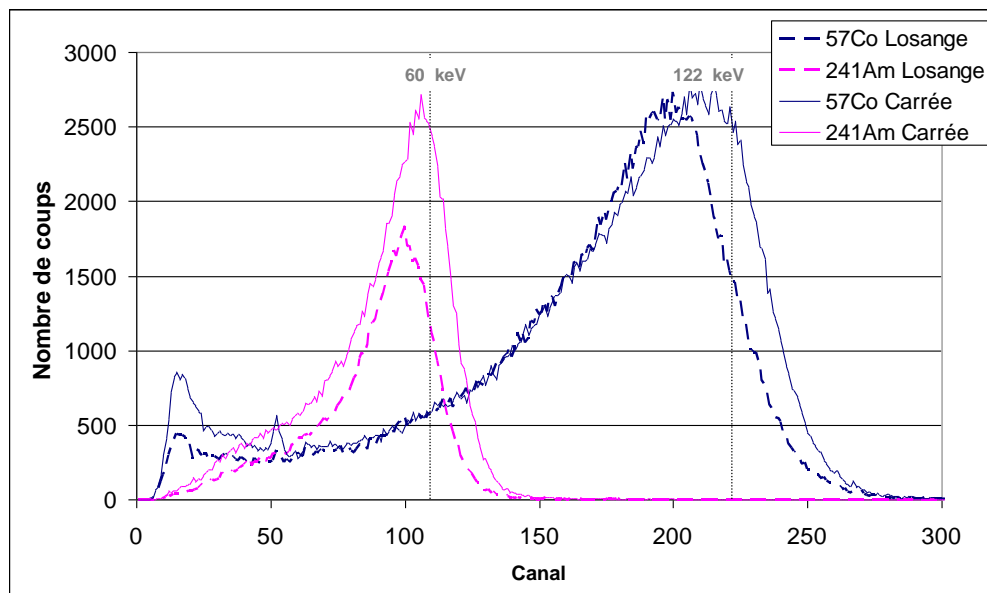


Figure V-6 : Spectres mesurés sous irradiation gamma ^{241}Am et ^{57}Co pour le détecteur 3D à base de CdTe:Cl et pour les configurations de polarisation Losange et Carrée, en pointillé noir sont placés les canaux théoriques issus de la calibration de la chaîne

Ces spectres montrent la capacité du détecteur 3D à base de CdTe:Cl à compter des photons. Ensuite, ils démontrent aussi une bonne discrimination en énergie entre le pic à 60 keV et le pic à 122 keV. Nous avons placé sur les spectres les canaux exacts issus de l'étalonnage de la chaîne d'acquisition.

De ces spectres, nous avons extrait deux résolutions en énergie. La première correspond au bruit électronique et est donnée par la demi-largeur à mi-hauteur des pics (vers les hauts canaux) multipliée par 2. La seconde prend en compte le bruit lié à l'absorption des photons et est donnée par la largeur à mi-hauteur du pic (FWHM). Les valeurs mesurées, en fonction de l'énergie et de la configuration de polarisation, sont résumées dans le *tableau V-1*.

*Tableau V- 1 : Résolutions en énergie (HWHM*2 et FWHM) à 60 et 122 keV pour les configurations Losange et Carrée*

	Losange		Carrée	
	HWHM*2	FWHM	HWHM*2	FWHM
60 keV	12 keV (=20%)	17 keV (=29%)	12 keV (=20%)	18 keV (=30%)
122 keV	24 keV (=20%)	43 keV (=35%)	24 keV (=20%)	45 keV (=37%)

Le fort bruit électronique du détecteur 3D (15 keV) explique en partie ces faibles résolutions en énergie.

La trainée vers les basses énergies, observable pour l'ensemble des spectres, diminue également la résolution en énergie, surtout pour les spectres mesurés à 122 keV. Plusieurs hypothèses expliquant cette trainée peuvent être données : des inhomogénéités dans la collection des charges sur la surface du détecteur, la fluorescence dans le matériau ou bien la génération de photoélectrons dans les fils qui relient les électrodes au circuit de lecture et donc ne participent pas à l'efficacité de collecte.

Les résolutions en énergie sont peu différentes entre les deux configurations de polarisation mais varient beaucoup entre les deux énergies testées. Cette variation peut s'expliquer par la différence de longueur de pénétration dans le CdTe entre les deux énergies. En effet, les photons de 60 keV sont absorbés par les premiers 270 μm de CdTe (soit par la surface du matériau). La résolution en énergie serait alors dominée par le bruit du courant d'obscurité du détecteur. Tandis que les photons de 122 keV sont absorbés de manière homogène par tout le volume du matériau. Dans ce cas, la résolution en énergie serait peut-être dominée par les variations spatiales de l'efficacité de collecte des charges dans l'épaisseur du CdTe.

1.3.3. Evolution des spectres en énergie avec la tension de polarisation

Nous avons fait varier la tension de polarisation entre -5 et -50 V pour chaque configuration de polarisation. Pour chaque tension, un spectre est mesuré.

La *figure V-7* présente plusieurs spectres obtenus pour la configuration carrée sous irradiation ^{241}Am .

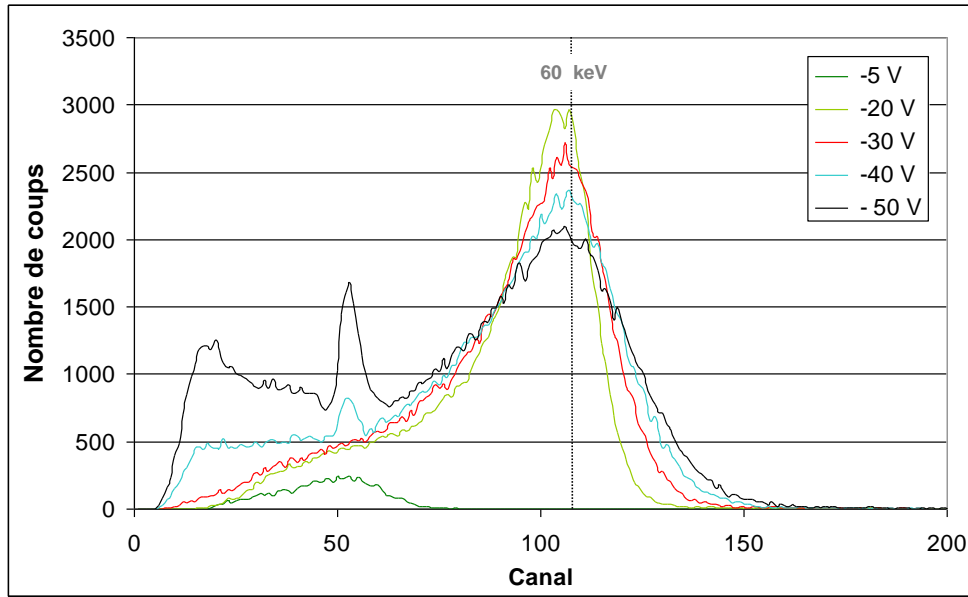


Figure V-7 : Spectres pour le détecteur 3D à base de CdTe:Cl, polarisé en Carrée, sous irradiation ^{241}Am et pour différentes tensions de polarisation

Le pic à 60 keV se décale légèrement vers les hauts canaux quand nous augmentons la tension de polarisation. A partir de -40 V, des photons dus au bruit sont comptés dans les bas canaux, ceci a été vérifié à l'aide d'acquisition sans source.

Pour l'ensemble des spectres mesurés, nous avons extrait le canal du pic à 60 keV ainsi que le nombre de coups total dans le spectre (intégrale du spectre auquel on a soustrait l'intégrale du bruit). La figure V-8 présente ces résultats pour les deux configurations de polarisation (la tension de polarisation est donnée en valeur absolue).

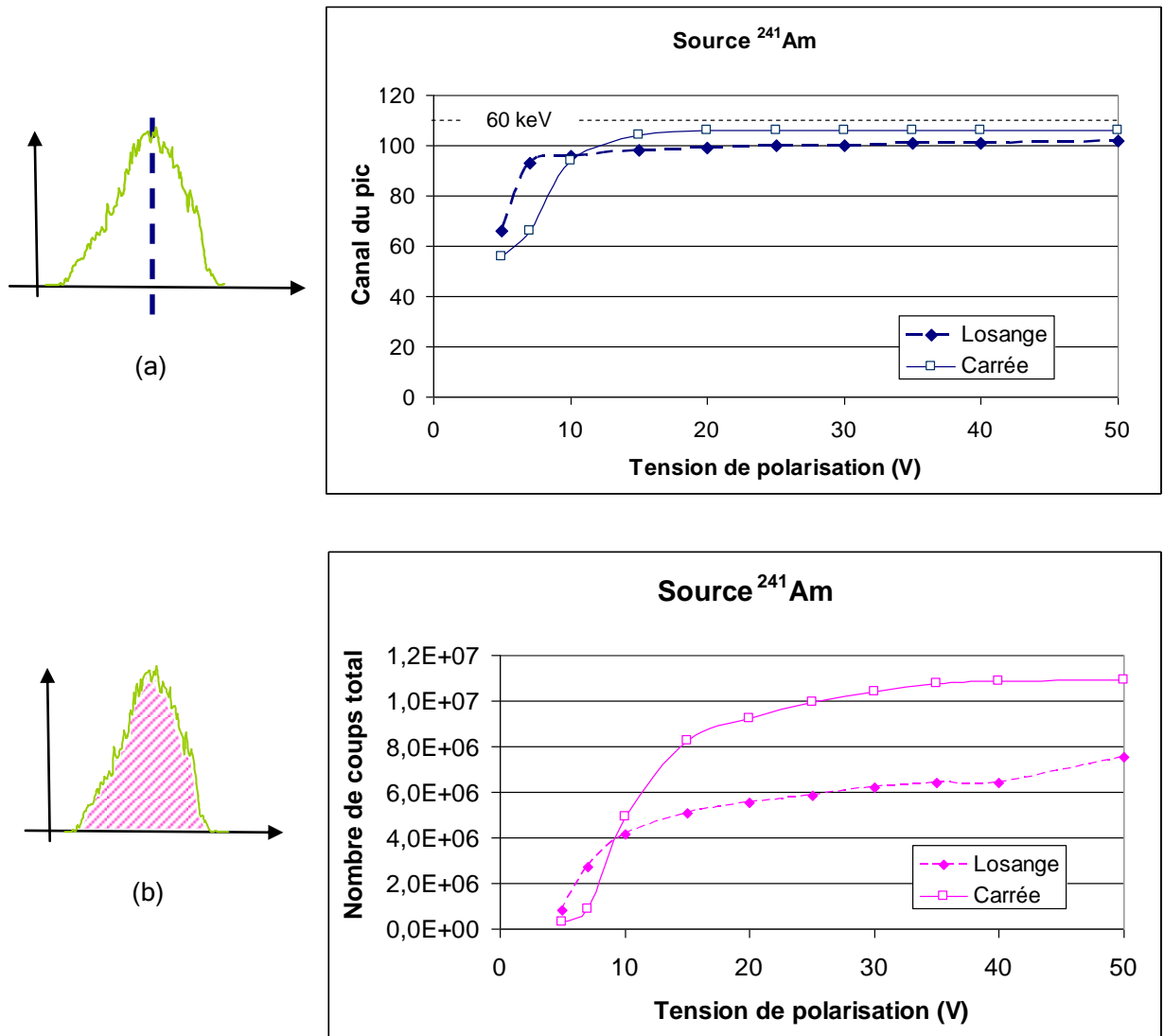


Figure V-8 : (a) Canal du pic à 60 keV et (b) Nombre de coups en fonction de la tension de polarisation pour l'irradiation ^{241}Am

La figure V-8 (a) montre une stabilisation du canal du pic à partir de -10 V pour les deux configurations de polarisation. Ce qui indique, que pour les deux, l'efficacité de collecte du détecteur atteint son maximum. La configuration Carrée semble légèrement plus efficace que la Losange. Or, le champ électrique attendu nous paraît mieux distribué dans la configuration Losange (moins de zone sans champ). Cet effet observé dû à la géométrie n'est pas expliqué.

La figure V-8 (b) montre également une certaine stabilisation du nombre de coups pour les deux configurations entre -30 et -50 V. A -30 V, le rapport du nombre de coups entre les deux configurations est de 1,7. Nous attendions un rapport de 2 (à cause du rapport des surfaces), ce qui pourrait montrer que la configuration carrée a une sensibilité de comptage des photons plus faible par rapport à la configuration Losange.

Nous observons enfin un décalage en tension, pour le canal du pic et le nombre de coups entre les deux configurations. Ce décalage peut s'expliquer par une différence de résistance du détecteur (à cause de la différence de surface) qui entraîne une différence de tension appliquée sur le détecteur (plus faible pour la Carrée que pour la Losange) entre les deux configurations.

Le même type de résultat est présenté en *figure V-9* avec cette fois une irradiation sous ^{57}Co (les tensions de polarisation sont toujours données en valeur absolue).

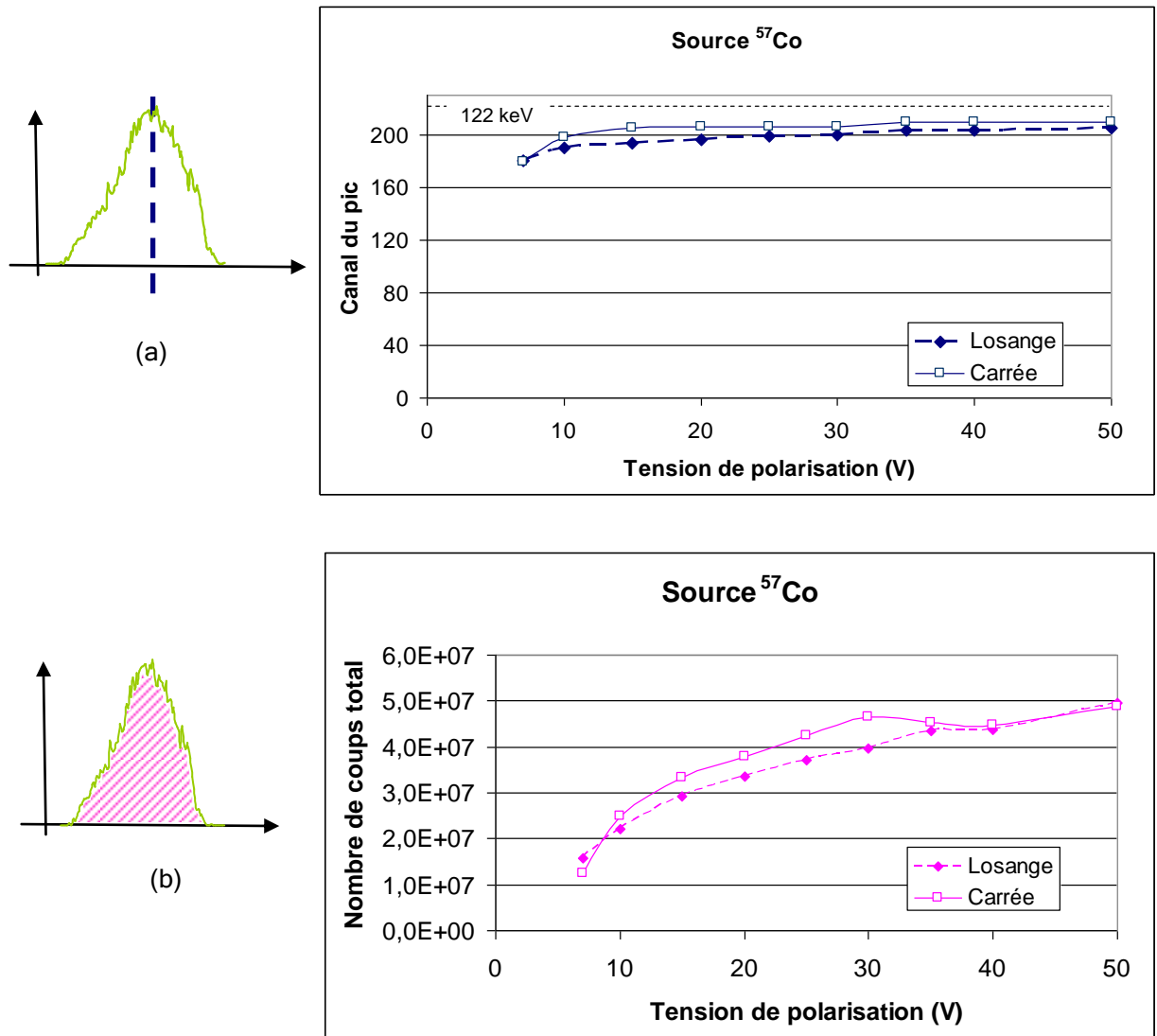


Figure V-9 : (a) Canal du pic à 122 keV et (b) Nombre de coups en fonction de la tension de polarisation pour l'irradiation ^{57}Co

La *figure V-9 (a)* montre aussi une stabilisation du canal du pic à partir de -10 V pour les deux configurations de polarisation. A partir de -40 V, nous mesurons beaucoup de bruit, et il est plus difficile de déterminer le canal du pic. La configuration Carrée semble encore une fois légèrement plus efficace que la Losange. L'étalonnage du banc de mesure nous a donné le canal de des énergies 60 keV (soit 108) et 122 keV (soit 222), qui correspondent à une efficacité de collecte des charges de 100%. Dans le cas des spectres mesurés à 60 keV, l'efficacité de collecte se rapproche de la valeur maximale (98%). Pour ceux à 122 keV, nous pouvons l'estimer à 95%.

La *figure V-9 (b)* ne montre pas de stabilisation dans le nombre de coups pour le ^{57}Co , comme c'est le cas pour les spectres à 60 keV. Ceci est peut-être expliqué encore une fois par la différence de longueur de pénétration entre les photons des deux énergies.

Nous observons également le décalage pour les faibles tensions entre les deux configurations.

Ces mesures nous ont permis de démontrer les capacités à compter des photons et à discriminer des énergies suffisamment différentes du détecteur 3D à base de CdTe:Cl, malgré son fort bruit électronique. Ce qui est plutôt encourageant pour la géométrie 3D en général.

1.4. Mesures spectrométriques sous irradiation de rayons X synchrotron

Notre objectif était de connaître finement notre détecteur 3D et de valider un outil de simulation présenté dans le chapitre II [Ruot, 2009]. Pour cela nous avons cherché à cartographier la réponse du détecteur. Ce type de mesure nécessite un faisceau de lumière synchrotron qui est caractérisé par son fort flux et sa grande concentration.

1.4.1. Description du banc expérimental

Les mesures ont été effectuées sur la ligne de lumière ID6 de l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) [Internet @ 11].

L'énergie du faisceau a été réglée à 60 keV à l'aide de deux cristaux monochromateurs en Si. Le flux en sortie des monochromateurs est de 10^{12} phs⁻¹mm⁻². Trop élevé pour notre détecteur et notre chaîne d'acquisition, le flux a été réduit en décalant les monochromateurs.

Le faisceau synchrotron a été collimaté avec un jeu de deux fentes parallèles (JJ X-Ray, 2 cm de tungstène) afin d'atteindre une dimension de 20x20 µm². Le réglage de l'alignement des fentes avec le faisceau synchrotron a été effectué avec une photodiode à avalanche en Si. Le taux de photons attendu alors est de 10^5 s⁻¹ sur la surface de notre détecteur mais n'a pas été mesuré.

Deux tables micro-contrôle permettent le déplacement du détecteur devant le faisceau afin de balayer toute la surface du détecteur. La *figure V-10* présente des photographies du banc de mesure.

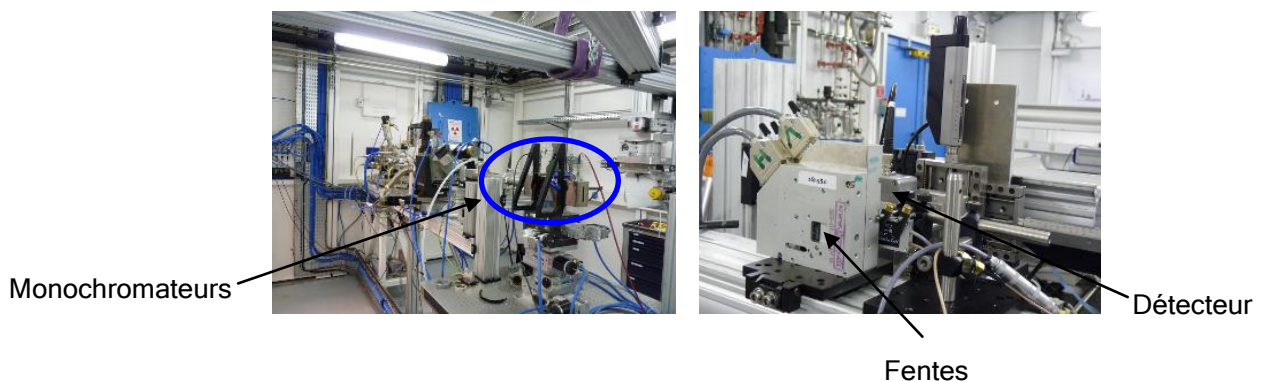


Figure V-10 : Photographie du banc de mesure à l'ESRF

Le circuit de lecture utilisé est quasi-identique à celui décrit dans la section 1.3. La résistance du filtre RC placé entre l'alimentation électrique et le détecteur (1 MΩ) étant

négligeable devant celle du détecteur, la tension appliquée sur le détecteur est quasiment la même que celle choisie sur l'alimentation. Une nouvelle estimation du bruit électronique a été réalisée, en utilisant une capacité d'injection. Nous avons obtenu un bruit donné en charge équivalente de 110 e-RMS.

Une carte bi-paramétrique permet la mesure du signal. Comme pour la section précédente, seule l'amplitude du signal nous intéresse afin de construire le spectre détecté. L'ensemble de la chaîne d'acquisition a été calibré en injectant une charge de 2,2 fC (qui correspond à l'énergie déposée par un photon de 60 keV) via une capacité de 1 pF et avec un générateur d'impulsions AGILENT 33250. Une carte d'acquisition National Instrument 6221 permet la numérisation du signal.

Le détecteur 3D à base de CdTe:Cl est polarisé à -30 V en configuration Carrée. L'importante difficulté technique de cette mesure réside en l'alignement perpendiculaire de la surface du détecteur avec le faisceau synchrotron, afin d'éviter les problèmes de parallaxe.

Les paramètres du balayage effectué sont les suivants :

- 32 x 32 points de mesure afin de balayer toute la surface du détecteur.
- pas de $25 \mu\text{m}$ entre chaque mesure.
- à chaque point, la mesure est faite pendant 10 secondes.

1.4.2. Efficacité de détection

Pour chaque spectre mesuré, nous avons calculé l'intégrale, ce qui nous donne le nombre de coups compté au dessus d'un seuil. La *figure V-11* présente la cartographie du nombre de coups.

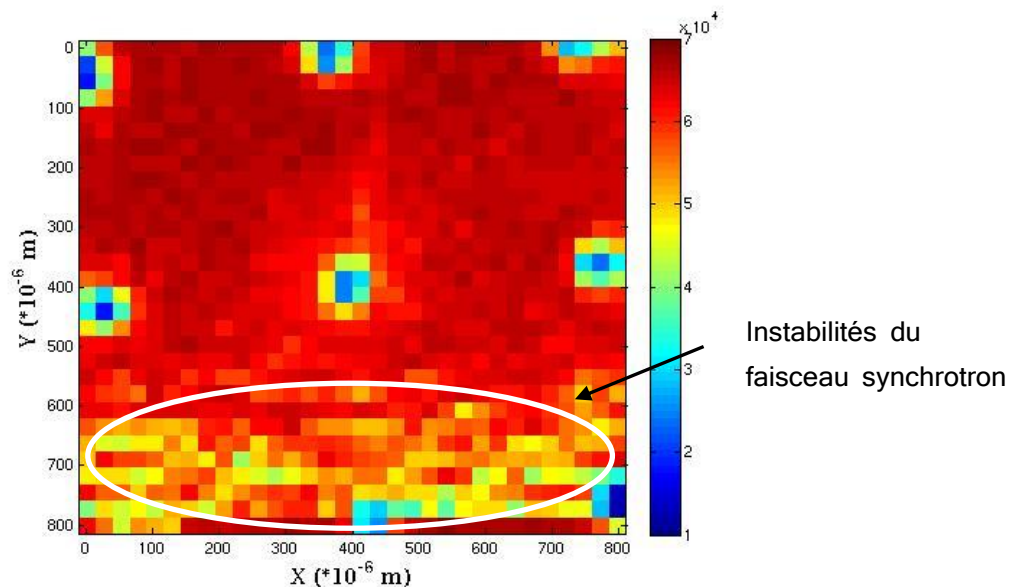


Figure V-11: Cartographie du nombre de coups du détecteur 3D à base de CdTe:Cl irradié à 60 keV

Tout d'abord, nous pouvons noter la visualisation de la matrice 3 x 3 trous avec le pas de 350 μm entre les trous, ce qui nous indique que le détecteur est suffisamment bien réglé en terme d'inclinaison par rapport au faisceau synchrotron.

La zone bruitée entre 600 et 800 μm sur l'échelle verticale est due à un bruit photonique causé par le dérèglement des monochromateurs pendant l'expérience. De nouvelles mesures (non présentées dans ce chapitre) sur cette zone du détecteur ont montré que ce bruit modifie seulement le nombre de coups dans le spectre mais pas la position du pic à 60 keV.

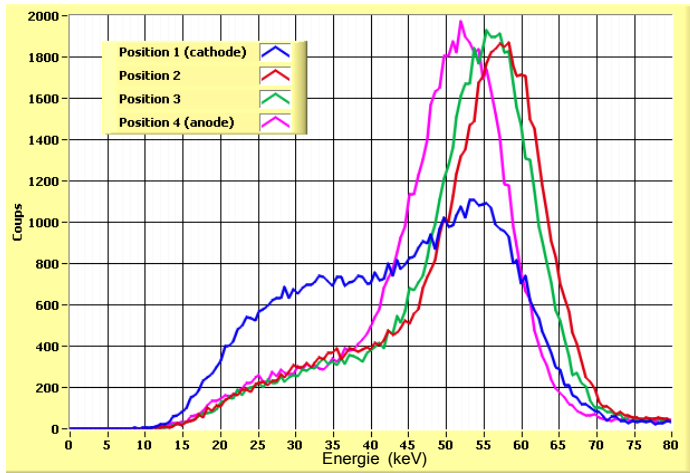
Ces résultats démontrent l'homogénéité de l'efficacité de détection des photons à 60 keV du détecteur 3D à base de CdTe:Cl.

1.4.3. Evolution des spectres en énergie en fonction de la position du faisceau

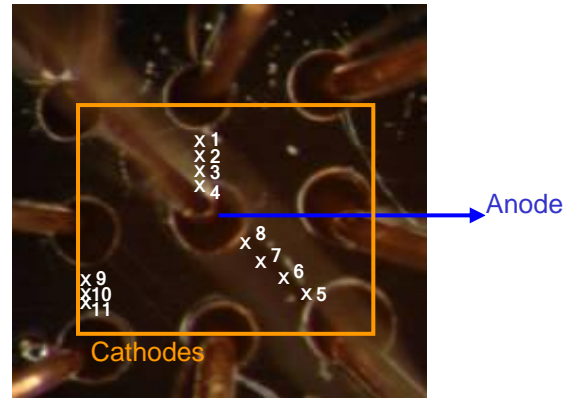
Dans cette partie, nous allons présenter plusieurs spectres en énergie mesurés en fonction de la position du faisceau synchrotron. L'étude du canal du pic à 60 keV sera montrée dans la section 1.4.4.

Avant toute observation, il est nécessaire de rappeler que la taille du nuage électronique est différente pour chaque évènement. Elle varie selon l'émission de photons X de fluorescence suite à l'absorption des photons par effet photoélectrique (effet très dominant dans notre cas) par le semi-conducteur (distance moyenne des photons de fluorescence de 67 μm). Elle dépend aussi de la longueur de diffusion des électrons générés. La taille du nuage électronique a été calculée comme inférieure à 120 μm dans 80% des cas [*Gros d'Aillon, 2005*]. De plus, pour notre échantillon 3D, l'absorption de photons incidents près des fils métalliques entraîne la génération de photoélectrons dans les fils qui se recombinent immédiatement et ne participent donc pas à l'efficacité de collecte. Les spectres mesurés (en un point de 20x20 μm^2) sont un histogramme des évènements produits suite à l'absorption des photons.

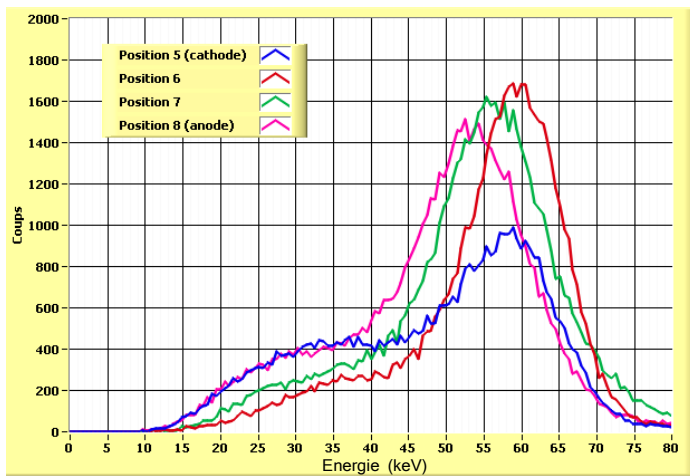
La *figure V-12* montre quelques spectres.



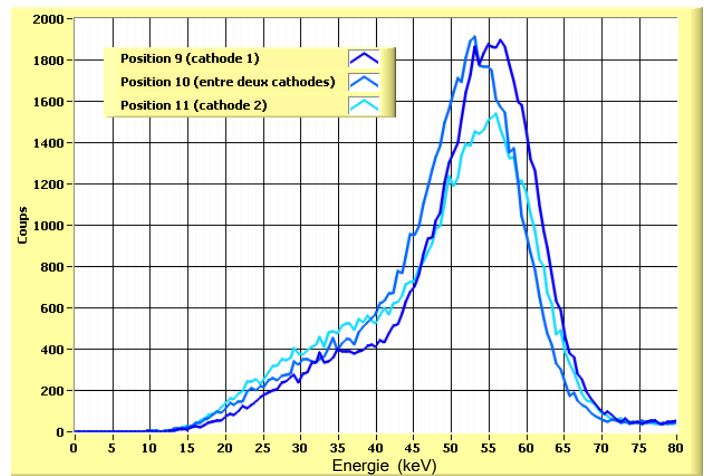
(a)



(d)



(b)



(c)

Figure V-12 : (a), (b), (c) Spectres mesurés sous rayonnement synchrotron pour le détecteur 3D à base de CdTe:Cl en fonction de la position du faisceau sur la surface du détecteur et (d) photographie de la surface de l'échantillon et représentation des positions du faisceau

La figure V-12 (a) représente les spectres mesurés pour un déplacement du faisceau d'une cathode vers l'anode centrale. Les positions du faisceau sont indiquées sur la figure V-12 (d). Pour la position 1, très proche de la cathode (figure V-12 (a) spectre bleu), nous pouvons voir 2 pics. L'un (vers le canal 45 qui correspond à 30 keV d'après la calibration) peut correspondre à une combinaison de l'échappement par fluorescence dans le CdTe (qui vaut: l'énergie incidente – 30 keV, soit 30 keV dans notre cas) et de la génération de photoélectrons dans les électrodes. Le deuxième correspond au pic à 60 keV. En se décalant vers l'anode centrale, à partir de la position 2 (figure V-12 (a) spectre rouge), le pic à 30 keV disparaît, ce qui peut être dû à l'absorption des photons de fluorescence par le matériau qui contribuent alors au signal. Celui de 60 keV se décale vers les hauts canaux : le faisceau se situe vers une zone de bonne collecte des charges. Toujours en se décalant vers l'anode, position 3 (figure V-12 (a) spectre vert), et en étant très proche de l'anode, position 4 (figure V-12 (a) spectre rose), le pic à 60 keV se décale de nouveau vers les bas canaux. Ce qui signifie que l'on collecte de moins en moins bien les charges.

La *figure V-12 (b)* représente les spectres mesurés pour un déplacement du faisceau d'une cathode située dans un angle de la géométrie vers l'anode centrale. Nous observons les mêmes phénomènes que décrits précédemment dans l'évolution des spectres en fonction de la position du faisceau. Le canal du pic à 60 keV est moins haut pour le spectre mesuré en position 6 (*figure V-12 (b)* spectre rouge) que pour celui mesuré en position 2 (*figure V-12 (a)* spectre rouge). Nous constatons le même effet entre les positions 3 et 7 (spectres verts sur les *figures V-12 (a) et (b)*) et les positions 4 et 8 (spectres roses sur les *figures V-12 (a) et (b)*). Ce qui montre que l'on collecte moins bien les charges dans les zones situées dans les angles de la géométrie.

La *figure V-12 (c)* représente les spectres mesurés pour les positions 9 (proche d'une cathode), 10 (entre deux cathodes) et 11 (proche d'une deuxième cathode) indiquées sur la *figure V-12 (d)*. Le pic à 60 keV se décale vers les bas canaux en passant de la position 9 (*figure V-12 (c)* spectre bleu foncé) à la position 10 (*figure V-12 (c)* spectre bleu). Puis, pour la position 11 (*figure V-12 (c)* spectre bleu clair), il se redécale vers le même canal que pour la position 9. Une zone de moins bonne collecte des charges se situe entre deux cathodes.

Ces spectres nous permettent de montrer une certaine homogénéité spatiale dans l'efficacité de détection du détecteur 3D et un fort bruit du détecteur.

1.4.4. Efficacité d'induction des charges (CIE)

La calibration de la chaîne de mesure nous permet de connaître la position du pic à 60 keV. Avec un ajustement polynômial (d'ordre 20), nous avons extrait le canal du pic à 60 keV pour chaque spectre mesuré. Puis, nous avons normalisé ce pic par rapport à la calibration.

Nous avons montré dans la section 1.4.3 que la position du pic varie en fonction de la zone du détecteur sondée par le faisceau synchrotron. Ce qui indique des variations spatiales de l'efficacité de collecte des charges.

Le canal du pic correspond donc à l'estimation expérimentale de la valeur la plus probable de l'efficacité d'induction des charges (CIE). Pour rappel, la CIE est calculée comme le rapport entre la charge induite sur une électrode et la charge déposée (chapitre I section 2.2).

La *figure V-13* présente la cartographie du canal du pic à 60 keV normalisé. L'échelle de couleur va de 0 (bleu foncé) à 1 (rouge foncé).

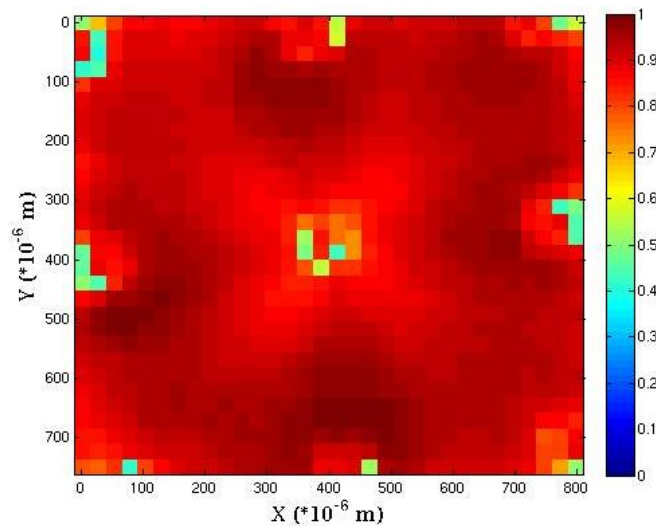


Figure V-13 : Cartographie du canal du pic à 60 keV normalisé du détecteur 3D à base de CdTe:Cl

Le canal du pic normalisé est supérieur à 0,8 sur l'ensemble de la surface du détecteur 3D. Les valeurs de CIE estimées sont donc supérieures à 80%, ce qui démontre une bonne collection des électrons et des trous sur toute la surface du détecteur.

La réponse du détecteur 3D semble relativement homogène sur l'ensemble de sa surface.

La figure V-14 présente la même cartographie du canal du pic à 60 keV et celle de la CIE simulée [Ruat, 2009] avec cette fois une échelle de couleur allant de 0,8 (bleu foncé) à 1 (rouge foncé). Les distributions du champ électrique et de la fonction de pondération calculées par la simulation sont également représentées.

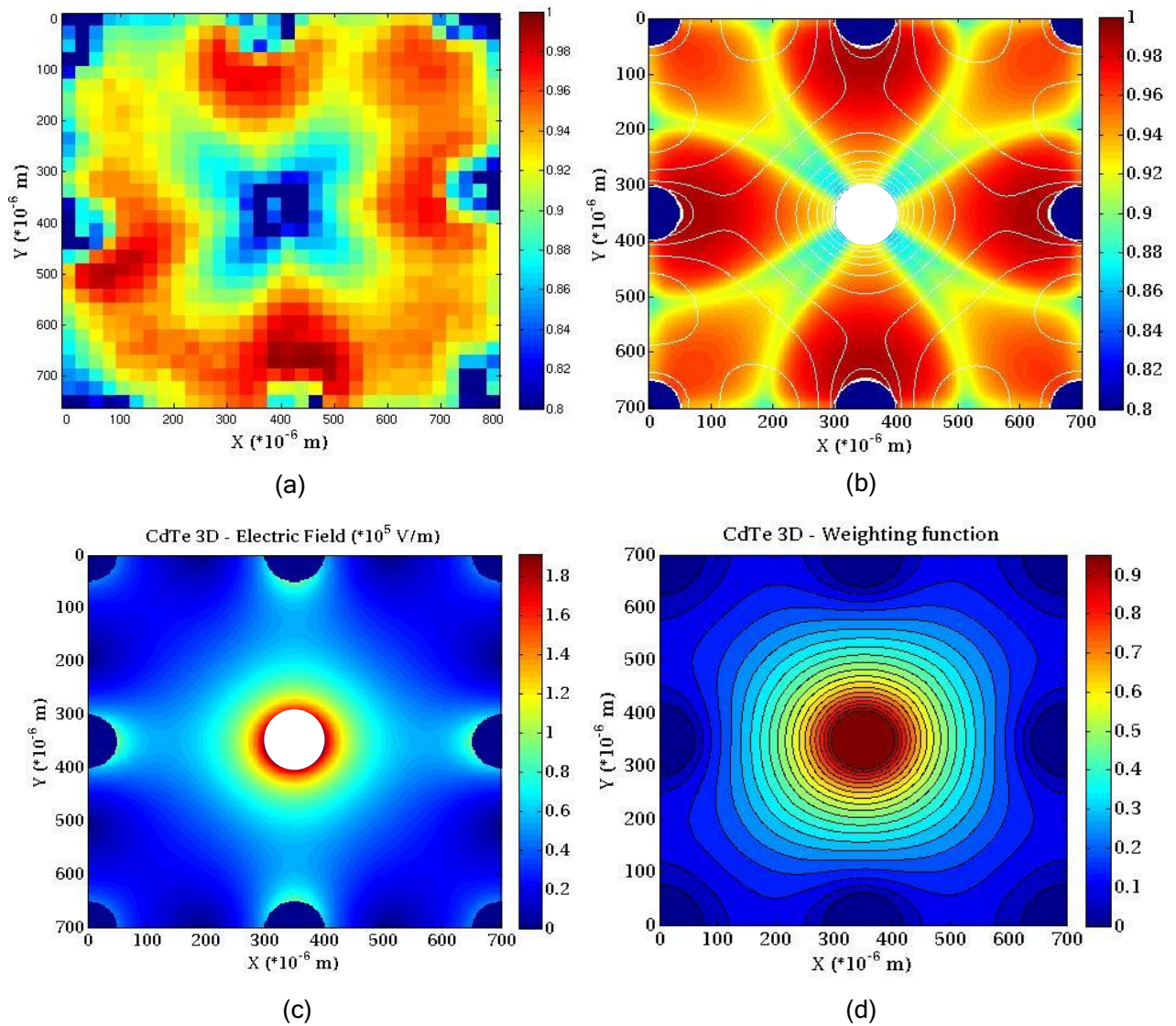


Figure V-14 : (a) Cartographie du canal du pic à 60 keV normalisé et (b) Cartographie de la CIE simulée et lignes isopotentielle pour le détecteur 3D à base de CdTe:Cl (échelle de couleur entre 0,8 (bleu foncé) et 1 (rouge foncé)) et distributions (c) du champ électrique et (d) de la fonction de pondération calculées par simulation, les disques bleus correspondent aux cathodes et le disque blanc à l'anode sur les cartographies simulées

Le détail de la méthode développée pour la simulation est donné dans le chapitre II section 2.3. Dans le cas présenté, la géométrie simulée correspond aux dimensions de la cellule 3D expérimentale (pas et diamètre des électrodes, configuration de polarisation Carrée et tension de polarisation, propriétés de transport du CdTe:Cl). Il est important de rappeler que la simulation considère une infinité de cellules 3D juxtaposées. Ce qui améliore le partage des charges entre les cellules. Elle considère en plus un dépôt d'énergie ponctuel et ne prend donc pas en compte la fluorescence. Pour la cellule 3D expérimentale, la CIE est alors moins bonne sur les bords par rapport à la simulation.

La figure V-14 (c) présente la distribution du champ électrique dans la géométrie simulée. Nous pouvons noter qu'entre deux cathodes, le champ électrique est nul (puits de potentiel).

Les valeurs de champ électrique sont plus faibles autour des cathodes placées dans les angles par rapport à celles plus proches géographiquement de l'anode centrale. Dans ces zones, le mouvement des charges est peut-être dominé par leur diffusion dans le semi-conducteur. Enfin, le champ électrique tend vers des valeurs de plus en plus élevées en s'approchant de l'anode centrale. Ces observations sont dues à un effet de la géométrie.

La *figure V-14 (d)* présente la distribution de la fonction de pondération dans la géométrie simulée. Pour rappel, la fonction de pondération correspond à la zone d'influence de l'électrode, elle vaut 1 pour l'électrode de mesure et 0 pour les autres (voir chapitre 1 section 2.2).

L'induction du courant par le mouvement des charges est donnée par le théorème de Shockley-Ramo, que nous citons de nouveau ici pour un type de porteurs :

$$i = n(t)q\mu(\vec{\nabla}\varphi \cdot \vec{\nabla}\Psi) \quad (\text{V-2})$$

avec : n = densité de porteurs

q = charge de l'électron

μ = mobilité

φ = potentiel appliqué

Ψ = fonction de pondération

D'après les *figures V-14 (c), (d)* et l'équation (V-2), la totalité du signal est induite dans une zone proche de l'anode centrale ($< 200 \mu\text{m}$). Ce qui veut dire que lorsqu'un photon est absorbé près d'une cathode, seuls les électrons induisent le signal, qui est attendu maximal puisque les électrons ont traversé toute la zone d'influence de l'anode. Mais lorsqu'un photon est absorbé près de l'anode, les électrons et les trous induisent le signal. Le signal induit est alors attendu plus faible, car les électrons traversent seulement une petite partie de la zone d'influence de l'anode et les trous risquent d'être piégés avant d'avoir atteint une cathode (propriétés de transport des trous inférieures à celles des électrons dans le CdTe:Cl). Très près de l'anode, seuls les trous induisent le signal.

Nous comparons ensuite les cartographies du canal du pic à 60 keV normalisé et de la CIE simulée. La résolution spatiale des cartographies présentées dans la *figure V-14* est de $25 \mu\text{m}$ pour les mesures (*a*) et de $1 \mu\text{m}$ pour la simulation (*b*).

Les zones inhomogènes visibles dans la cartographie expérimentale peuvent être dues :

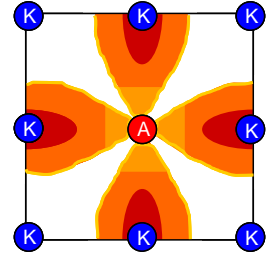
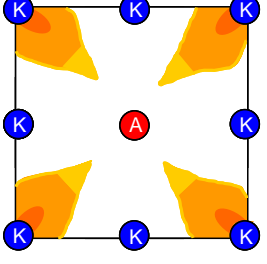
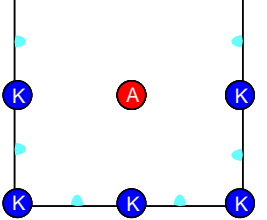
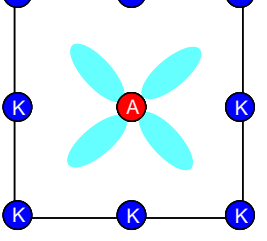
- aux différents procédés technologiques auxquels a été soumis le détecteur (usinage laser, nettoyage chimique, dépôt de contact).
- à un léger désalignement entre l'axe du faisceau et l'axe d'absorption des photons dans le détecteur (effet de flou).
- au bruit lié à l'absorption des photons et aux effets d'interactions photons-matière.

Ce qui diffère de la simulation où la CIE est considérée homogène dans le volume du détecteur.

En dehors de cette différence, beaucoup de correspondances sont observées entre les deux cartographies de CIE. Nous les avons résumées dans le *tableau V-2*. Des schémas, avec le

même code couleur que dans la *figure V-14* (bleu = 0,8 et rouge = 1), sont utilisés pour faciliter la compréhension.

Tableau V-2 : Correspondances entre les cartographies du canal du pic à 60 keV et de la CIE simulées et explications

Zone	Observations	Explications
	<ul style="list-style-type: none"> - CIE maximale (proche de 100%) autour de cathodes plus proches de l'anode centrale. - Diminution de la CIE en s'approchant de l'anode centrale (de 100% à 92%). 	<ul style="list-style-type: none"> - Effet géométrique sur le champ électrique et le champ de pondération. - Différence entre les $\mu\tau$ pour les électrons et les trous.
	<ul style="list-style-type: none"> - CIE plus faible pour les cathodes situées dans les angles (94%). 	<ul style="list-style-type: none"> - Plus grande distance à parcourir pour les électrons et avec un champ plus faible (géométrie) : piégeage des électrons.
	<ul style="list-style-type: none"> - Valeurs faibles de CIE (88%). 	<ul style="list-style-type: none"> - Effet de la géométrie sur le champ électrique.
	<ul style="list-style-type: none"> - Forme en trèfle à quatre feuilles autour de l'anode centrale. - Valeur plus faible de CIE (entre 90 et 88%). 	<ul style="list-style-type: none"> - Effet de la géométrie sur le champ électrique. - Plus grande distance à parcourir pour les trous et $\mu\tau$ des trous plus faible : piégeage des trous.

Ces résultats montrent que les performances de la géométrie 3D, en termes de collecte des charges, sont fixées par la plus faible des propriétés de transport du matériau. Les inhomogénéités dans l'efficacité de collecte au niveau de la surface de la cellule 3D confirment qu'il faut choisir un semi-conducteur avec des produits $\mu\tau$ identiques pour les électrons et les trous pour avoir un détecteur 3D le plus performant. Toujours d'après ces résultats, nous nous attendons aussi à une distribution plus homogène de la CIE pour la

configuration Losange qui présente moins de zones mortes (faible champ électrique) que la configuration Carrée mais avec une surface deux fois plus petite.

Ces mesures nous permettent de valider le modèle de simulation établi par Marie Ruat.

1.5. Synthèse

Le développement d'un détecteur 3D à base de CdTe:Cl apporte la preuve de fonctionnement de la géométrie 3D avec un semi-conducteur autre que le Si. Dans ce travail, un prototype de détecteur avec une seule cellule de détection a été réalisé en usinant par laser une matrice de 3 x 3 trous dans 1,6 mm d'épaisseur de CdTe:Cl.

La détermination de la caractéristique courant-tension du détecteur 3D a mis en évidence le fort courant d'obscurité engendré par les dégradations de l'état de surface des électrodes par l'usinage laser. Nous avons estimé la résolution en énergie (due au bruit électronique du détecteur) à 25% à 60 keV, minimum atteignable pour notre détecteur dans ces conditions.

Malgré un fort bruit, avec des mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ , le détecteur 3D à base de CdTe:Cl a montré qu'il était capable de compter des photons et d'être discriminant en énergie (entre 60 et 122 keV). Des résolutions en énergie de 30% à 60 keV et de 35% à 122 keV ont été mesurées.

Deux configurations de polarisation du pixel ont été testées : Losange et Carrée. Les simulations de la géométrie 3D montrent que la distribution du champ électrique est moins intéressante pour la configuration Carrée, avec notamment plus de zones avec de faibles valeurs de champ et où le mouvement des charges est dominé par la diffusion. Ce qui entraîne une augmentation du piégeage des charges et une diminution de l'efficacité de collecte des charges.

Les mesures spectrométriques réalisées à 60 et 122 keV montrent que la configuration Carrée a une sensibilité de comptage des photons plus faible que pour la configuration Losange à même tension de polarisation (rapport du nombre de coups mesuré à 1,7 au lieu de 2). Mais, elle semble être légèrement plus efficace en termes de collecte des charges. Cet effet de la géométrie n'a pas été expliqué.

Les mesures spectrométriques sous irradiation de rayons X synchrotron à 60 keV ont permis de démontrer l'homogénéité de l'efficacité d'absorption des photons incidents et de l'efficacité d'induction des charges (supérieure à 80% sur l'ensemble du détecteur) pour toute la surface et le volume du détecteur 3D avec une configuration Carrée.

En outre, nous avons pu valider expérimentalement un outil de simulation de la charge induite par méthode des éléments finis.

L'ensemble de ces résultats montre que la géométrie 3D est valable et raisonnablement comprise (grâce aux simulations).

2. Réalisation d'un détecteur 3D à base de GaAs semi-isolant

Dans cette dernière section, nous allons traiter de la concrétisation de l'objectif de ces travaux de thèse, avec la réalisation d'un dispositif final : un détecteur 3D à base de SI-GaAs. L'analyse de différents SI-GaAs développée dans le chapitre III a permis de mettre en avant le matériau fourni par Freiburger avec une croissance VGF. Ce semi-conducteur possède une forte résistivité apparente (10^9 - 10^{10} Ω .cm) et son courant d'obscurité atteint une densité de 200 nA/cm² en fonction du contact électrique déposé (electroless et évaporation). Enfin, pour chaque électrode testée sur ce matériau, le comptage des photons a été constaté.

En ce qui concerne la réalisation du détecteur 3D, plusieurs points bloquants ont été rencontrés que nous décrirons dans la suite des paragraphes. Les premières caractérisations (courant-tension et mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ) seront également détaillées.

2.1. Description de l'échantillon

Le matériau utilisé pour la fabrication du détecteur 3D est le SI-GaAs de Freiburger (VGF), avec une épaisseur de 600 μ m. Dans la suite, nous allons détailler les phases techniques procédées sur le matériau.

2.1.1. Usinage par laser

Dans le chapitre III, à l'aide de mesures par intégration de photocourant sous rayonnement X, la longueur d'une zone sensible dans le SI-GaAs a été évaluée à 60 μ m, dans le meilleur des cas. Cette estimation nous apporte une information primordiale sur l'espacement requis entre les électrodes de la géométrie 3D afin d'obtenir un détecteur sensible.

Cependant, dans notre cas, le pas est aussi limité par la connectique. Détaillée dans le chapitre IV, la méthode développée est basée sur l'insertion de fils métalliques dans les trous puis la soudure de ces fils à des broches. Afin de faciliter l'insertion des fils, nous visons un rapport d'aspect de l'ordre de 5 : 1, avec un diamètre de trou en entrée de 80 μ m. Le pas entre les électrodes doit être suffisamment grand pour que les trous ne se touchent pas. Il doit également permettre les soudures des fils tout en évitant les courts-circuits. Un compromis entre faisabilité technique et longueur de zone de déplétion doit donc être trouvé.

Le chapitre IV a montré la grande conicité des trous usinés par laser. Afin de tenter de la réduire pour ce détecteur, la distribution des tirs laser par trou a été modifiée dans le but de laisser le temps à la matière ablatée de ressortir du trou avant de poursuivre l'usinage. Une séquence de 100 tirs laser par trou est envoyée sur le semi-conducteur puis répétée 10 fois jusqu'à déboucher totalement de l'épaisseur du matériau. La puissance laser était de 1,45 W.

Plusieurs matrices de 3 x 3 trous ont été usinées dans le SI-GaAs avec 4 pas différents : 190, 170, 150 et 130 μm . Les pas ont été choisis afin de rapprocher le plus possible les trous. La *figure V-15* présente des photographies prises au LILM après l'usinage.

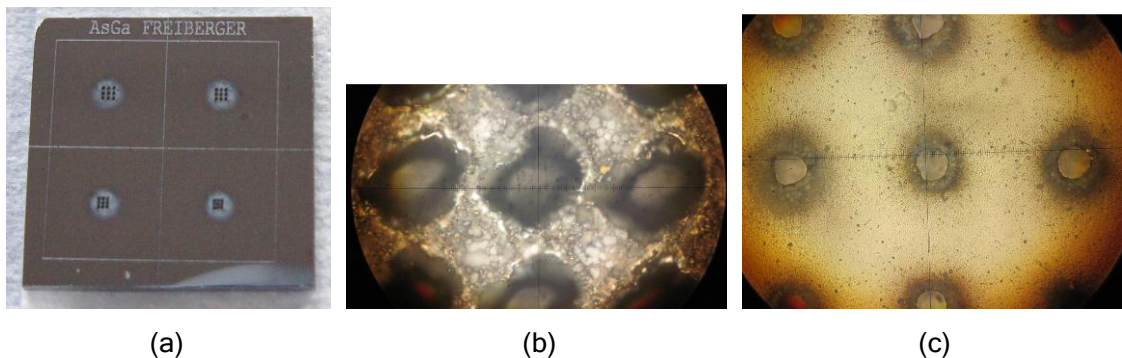


Figure V-15 : Photographies (a) des matrices usinées (b) zoom sur la face d'entrée et (c) zoom sur la face de sortie

La matrice avec un pas de 130 μm présente des trous qui se chevauchent et ne sera donc pas utilisable pour la suite. En face d'entrée, les trous ont une forme plutôt elliptique tandis qu'en face de sortie, ils semblent bien circulaires. L'observation des trous est compliquée à cause de la dégradation de surface causée par l'usinage

Après l'usinage, un polissage mécanique a été réalisé en surface pour enlever la matière resolidifiée autour des trous. Le matériau est extrêmement dur, ce qui a nécessité un polissage mécanique par une poudre de diamant avec un grain de 6 μm pendant 3 à 4 minutes pour réussir à le retirer.

Les matrices de trous ont ensuite été observées sous microscope optique. Les trous en entrée n'ont pas tous une forme circulaire, certains sont plutôt elliptiques. Ce qui peut compliquer l'insertion des fils. Des diamètres en entrée de 120 μm et en sortie de 40-50 μm ont été mesurés. La modification du protocole d'usinage n'a pas permis une réduction de la conicité des trous.

Un microscope disponible au laboratoire permet d'observer un échantillon avec une lumière éclairant par en-dessous. Avec cet appareil, nous avons constaté que beaucoup de trous semblent bouchés. Après un nettoyage minutieux avec de l'eau déionisée et des ultrasons, certains trous sont toujours bouchés.

Nous avons sélectionné avec soin les matrices pour la suite de la réalisation du détecteur 3D.

2.1.2. Dépôt des électrodes

Trois techniques de dépôt de contact métallique et quatre électrodes ont été testées sur la surface du SI-GaAs (structure planaire) et ont été présentées dans le chapitre III : electroless Au, pulvérisation Ti/Pt/Au, évaporation Ti/Au et Ti/Pt/Au. Pour l'ensemble de ces électrodes, nous avons obtenu un contact Schottky.

Les différentes caractérisations effectuées apportent les conclusions suivantes pour le SI-GaAs de Freiberg :

- electroless Au : la surface du semi-conducteur doit être rodée pour que le contact adhère. Nous avons mesuré une densité de courant d'obscurité de $0,2 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ et une résistivité apparente de $6.10^{10} \Omega.\text{cm}$ à -100 V .
- pulvérisation Ti/Pt/Au : ce contact amène un plus fort courant ($5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) et une résistivité apparente de $3.10^9 \Omega.\text{cm}$ à -150 V . Le dépôt par pulvérisation a tendance à dégrader la surface du matériau.
- évaporation Ti/Pt/Au et Ti/Au : peu de différences ont été observées entre les deux électrodes. Un courant de $0,2 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ et une résistivité apparente de $10^{11} \Omega.\text{cm}$ à -200 V ont été mesurés pour le contact Ti/Pt/Au.

De ces résultats, l'évaporation Ti/Pt/Au semble donner le meilleur contact en permettant une tension de polarisation élevée avec un courant d'obscurité plus faible, stable et une forte résistivité apparente.

Toutefois, dans le cadre de la géométrie 3D, il faut pouvoir déposer l'électrode sur les flancs des trous. Les premières réalisations présentées dans le chapitre IV et les résultats obtenus avec le détecteur 3D à base de CdTe:Cl démontrent que l'electroless permet un dépôt dans les trous. Pour le SI-GaAs, l'état de surface des trous dégradé par l'usinage laser devrait permettre l'adhérence de l'or.

La méthode de dépôt par évaporation est très directive. Pour la géométrie 3D, l'anisotropie de l'évaporation a de fortes chances d'entraîner un dépôt que sur le haut du trou. Des systèmes de rotation de l'échantillon pourraient solutionner ce problème et existent dans certains appareils, mais pas dans ceux disponibles pour nos essais.

Pour ces raisons, nous avons préféré nous focaliser sur le dépôt par pulvérisation. Méthode isotrope, il est plus probable que le contact se dépose bien sur la surface des trous. Un essai de dépôt Ti/Pt/Au a ainsi été réalisé. Nous avons ensuite cassé un des échantillons selon une ligne de trous et nous l'avons observé sous binoculaire optique. La *figure V-16* présente des photographies de l'échantillon avec un dépôt par pulvérisation et de l'échantillon avec un dépôt par electroless réalisé dans un deuxième temps.

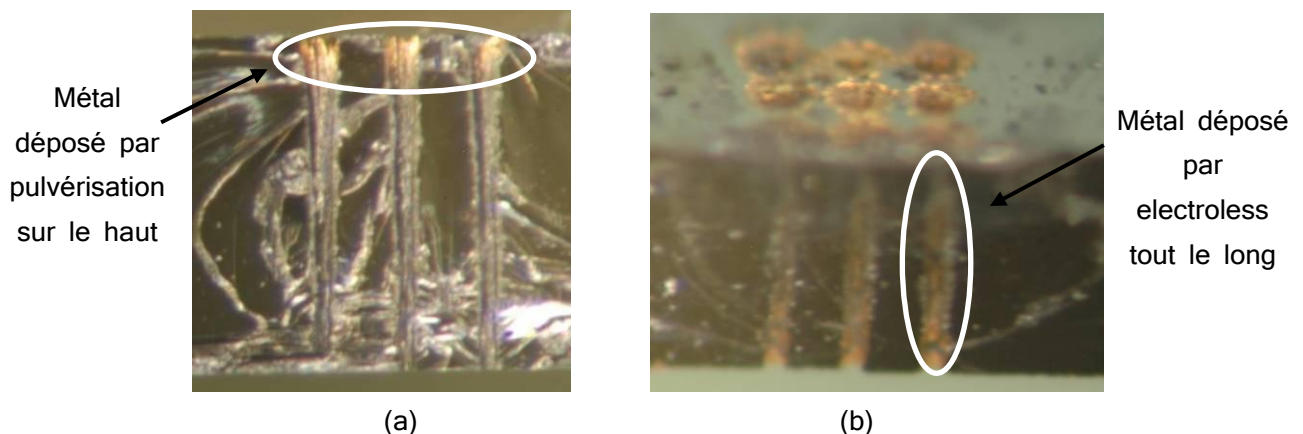


Figure V-16 : Photographies de la tranche du SI-GaAs usiné après dépôt par (a) pulvérisation et (b) electroless

La pulvérisation n'a déposé le contact que sur le haut du trou. Ce qui n'est pas le résultat espéré. Nous n'avons pas eu le temps ni les moyens techniques d'optimiser le dépôt par pulvérisation.

Pour la suite, le dispositif 3D en Si-GaAs a été réalisé avec un dépôt d'or par électroless.

2.1.3. Connexion au circuit électronique

Des fils d'or de diamètre 50 μm ont été utilisés pour la connexion. Pour deux matrices (pas de 190 et 150 μm), les fils ont été insérés. Mais seuls les fils pour la matrice avec un pas de 150 μm ont été soudés au circuit électronique de lecture. La *figure V-17* présente une photographie du détecteur final pour le pas 150 μm .

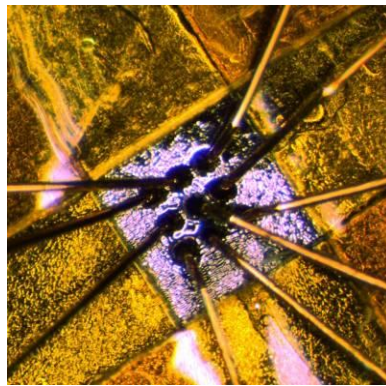


Figure V-17 : Photographie du détecteur 3D à base de SI-GaAs (pas entre les électrodes de 150 μm)

Nous ne mesurons pas de court-circuit entre les électrodes.

2.2. Caractéristiques courant-tension

Pour ces mesures, nous avons là-aussi utilisé le picoampèremètre KEITHLEY 6517 A. La mesure de la caractéristique courant-tension a été effectuée pour le détecteur 3D avec le pas de 150 μm , avec une configuration de polarisation Carrée afin d'être comparable au détecteur 3D à base de CdTe. Le signal est donc mesuré sur l'électrode centrale tandis que les huit autres assurent la polarisation du détecteur.

La *figure V-18* présente cette caractéristique mesurée entre -60 et 20 V. Une échelle logarithmique est utilisée pour le courant (donné en valeur absolue) afin de faciliter la lecture de la courbe.

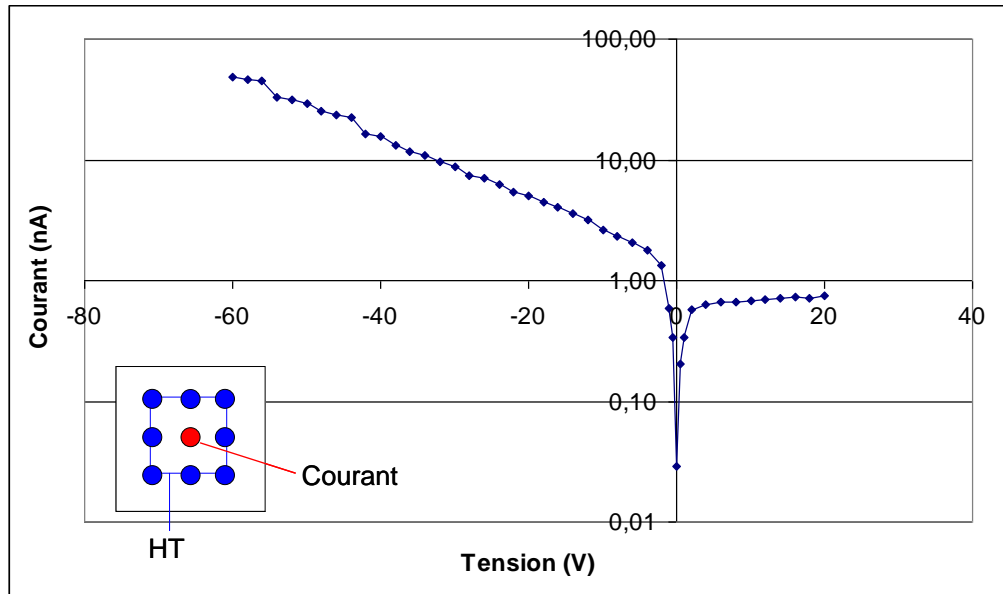


Figure V-18 : Caractéristique I-V pour le détecteur 3D à base de SI-GaAs

Nous observons deux comportements différents entre la polarisation positive et la polarisation négative. La figure V-19 présente un zoom de la caractéristique courant-tension entre -10 et 10 V.

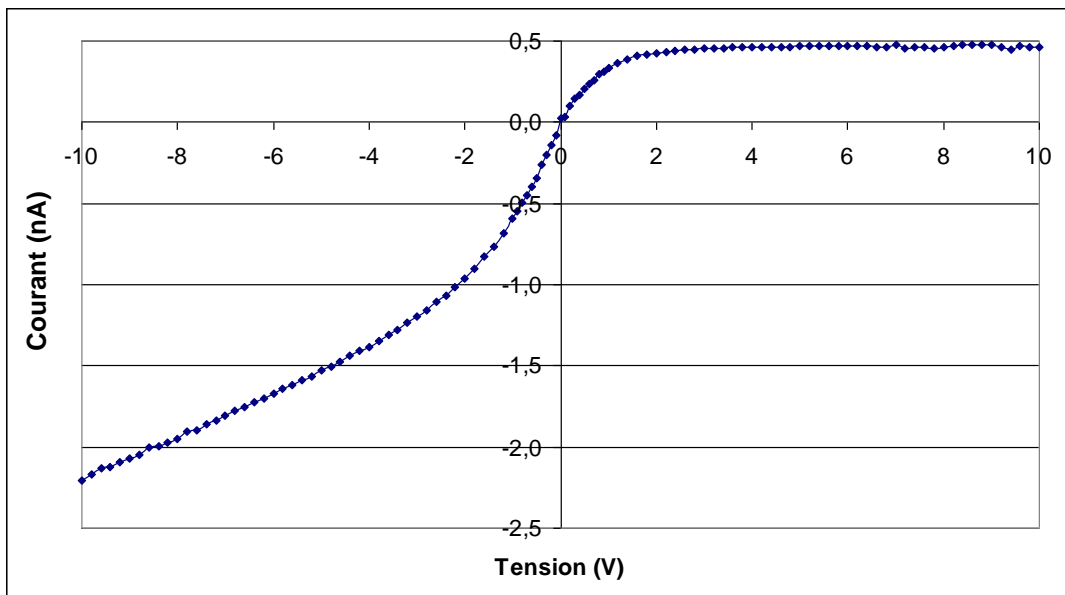


Figure V-19 : Caractéristique courant-tension entre -10 et 10 V du détecteur 3D à base de SI-GaAs

En polarisation positive, nous obtenons une caractéristique courant-tension semblable à un contact Schottky. Le courant d'obscurité mesuré sature à $0,5$ nA à partir de 2 V et jusqu'à 20 V. A 20 V, le comportement est semblable à une diode qui atteint sa tension de claquage, avec une brusque montée de courant.

La figure V-20 montre la même caractéristique courant-tension entre 0 et -60 V.

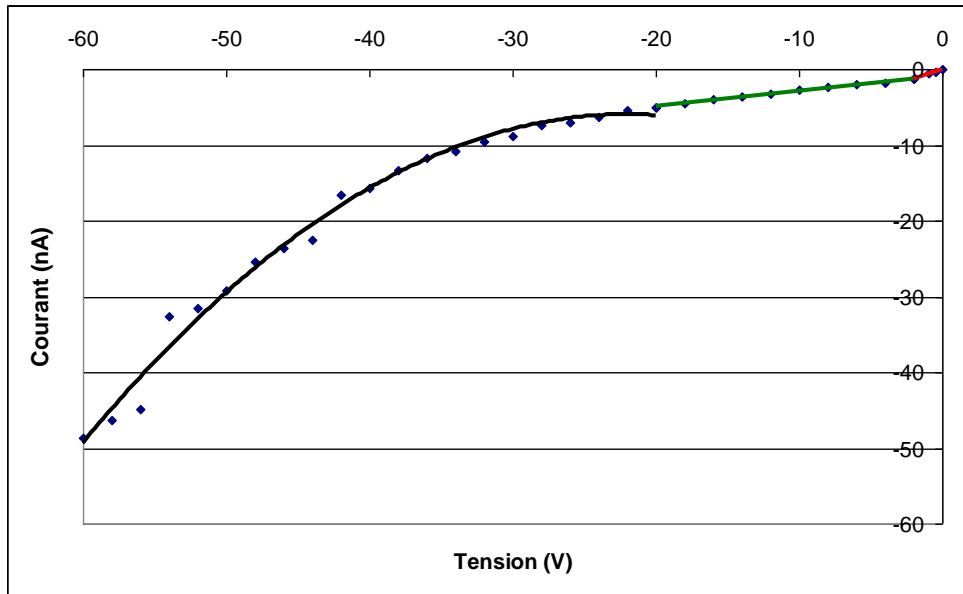


Figure V-20 : Caractéristique courant- tension entre 0 et -60 V du détecteur 3D à base de SI-GaAs

Trois comportements sont observés en polarisation négative. Entre 0 et -2V, un régime de type ohmique est noté (en rouge sur la *figure V-20*). Entre -2 et -20 V, le courant d'obscurité reste dans un régime linéaire, avec un changement de pente (en vert sur la *figure V-20*). Après -20 V, nous remarquons que le courant évolue en fonction du carré de la tension de polarisation (ajustement quadratique, en noir sur la *figure V-20*). Ce comportement du contact ressemble à un régime de courant limité par charge d'espace. Dans ce régime de conduction, décrit par Lampert et Mark [*Lampert, 1970*], le courant se base sur une mobilité indépendante du champ et s'exprime par la loi de Mott-Gurney [*Mott, 1948*] (l'équation est donnée pour un type de porteur) :

$$J = \frac{9}{8} \varepsilon_0 \mu_0 \frac{V^2}{d^3} \quad (V-3)$$

Les sauts de courant observables à -45 et à -55 V sont peut-être dus au bruit sur la mesure, le courant étant instable à partir de -40 V. Après -60 V, le courant augmente brusquement. Nous observons de nouveau un comportement semblable à une diode qui atteint sa tension de claquage.

En comparant avec les mesures faites sur l'échantillon en structure planaire (chapitre III), le courant d'obscurité est plus instable (instabilités temporelles et régime d'avalanche). Ces instabilités peuvent être causées par la création de défauts cristallins et de craquelures sur la surface des trous par l'usinage laser. Ces défauts créent des niveaux pièges dans la bande interdite pour les porteurs de charges et peuvent conduire localement à un phénomène d'injection de porteurs et donc à une brusque variation du courant.

De fortes valeurs de courant d'obscurité avaient été montrées pour le détecteur 3D à base de CdTe (200 nA à -20 V). En réduisant la surface de l'électrode et à cause de la

résistivité plus faible du GaAs, nous nous attendions à mesurer un courant encore plus élevé pour le détecteur à base de SI-GaAs. Ce qui n'est pas le cas expérimentalement. Nous pressentons que la formation du contact électrique, déposé par electroless, n'est pas homogène sur toute l'épaisseur du SI-GaAs.

2.3. Mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ

L'objectif de ces mesures est d'étudier le comportement sous irradiation du détecteur 3D à base de SI-GaAs et de déterminer notamment sa capacité à compter les photons.

2.2.1. Description de la chaîne d'acquisition

L'échantillon étudié est le détecteur 3D à base de SI-GaAs avec un pas de 150 μm entre les électrodes et une polarisation de type Carrée. Une alimentation haute-tension assure la polarisation du détecteur à -60 V . Ce qui nous permet d'avoir la tension de polarisation la plus élevée dans le but de dépléter au maximum le détecteur tout en conservant un courant d'obscurité relativement stable.

Nous avons utilisé pour ces mesures le même circuit électronique de lecture que celui décrit dans la section 1.4.2. Le signal issu de l'anode centrale est très bruité. Le filtrage réalisé en entrée de la carte d'acquisition biparamétrique n'est pas suffisant pour acquérir correctement le signal. Il nécessite un filtrage plus adapté. Ce bruit peut provenir du courant d'obscurité mais également d'un bruit capacitif entre les fils des électrodes.

Nous avons observé le signal à l'aide d'un oscilloscope (LE CROY LT374M). Un filtrage numérique (KROHN-HITE 3945) passe-haut (fréquence de coupure de 100 kHz) et avec gain en entrée et en sortie de 20 dB permet l'optimisation du signal. Le pilotage par ordinateur de l'oscilloscope permet l'enregistrement de l'amplitude du signal dont nous traçons l'histogramme afin d'obtenir un spectre.

Deux sources de photons γ ont été utilisées pour irradier le détecteur : ^{241}Am (activité de 518 MBq au moment de la mesure) et ^{57}Co (activité 5 MBq au moment de la mesure).

2.2.2. Analyse des résultats

Les impulsions dans le signal apparaissent avec la source gamma, ce qui montre que l'échantillon détecte bien les photons.

L'efficacité semblant faible (peu de coups visualisés à l'oscilloscope), l'acquisition du signal s'est effectuée sur un temps long (environ 1h30).

La *figure V-21* présente les spectres obtenus pour les deux sources de photons γ utilisées.

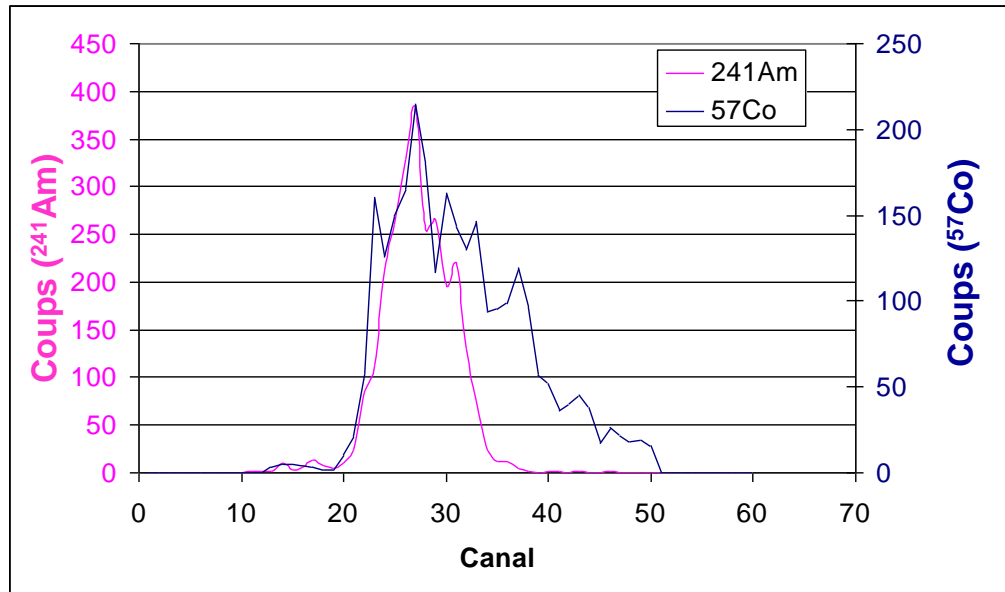


Figure V-21 : Spectres mesurés sous irradiation gamma ^{241}Am et ^{57}Co pour le détecteur 3D à base de SI-GaAs configuré en Carrée

Ces spectres en énergie démontrent la capacité du détecteur 3D à base de SI-GaAs à compter des photons. Ce détecteur ne permet pas d'être discriminant en énergie et n'atteint pas de performances spectrométriques comme celui à base de CdTe.

Nous avons cherché à calculer l'efficacité de détection de notre échantillon selon la formule suivante :

$$\text{Efficacité} = \frac{\text{NbrePhotonsMesurés}}{A \frac{S}{4\pi D^2} \cdot t \cdot \% \text{Photons.Abs}} \cdot 100 \quad (\text{V-3})$$

avec : A = activité de la source

S = surface du détecteur

D = distance source-détecteur (mesurée à 15 mm)

t = durée de l'acquisition (4700 s)

%Photons = pourcentage de photons émis par la source en fonction de l'énergie considérée

Abs = absorption du matériau (calculée à partir de l'épaisseur et des sections efficaces d'absorption : 48% pour 60 keV et 19% pour 122 keV)

Nous estimons la surface de détection à 0,06 mm², en tenant compte de la surface moyenne des électrodes. Nous avons alors calculé une efficacité de 0,05% à 60 keV et à 122 keV.

Cette très faible efficacité de détection peut être causée par :

- la formation inhomogène du contact électrique le long des trous déposé par electroless.
- le fort bruit du détecteur : instabilités dans le courant d'obscurité causées par les dégradations de surface de l'usinage laser et bruit capacitif à cause du rapprochement des électrodes.
- une faible longueur de déplétion.

2.4. Synthèse

Dans la réalisation d'un détecteur 3D à base de SI-GaAs, plusieurs problèmes techniques ont été rencontrés. Les trous usinés par laser ne sont pas tous circulaires et certains semblent même rebouchés. De plus, ils restent très coniques. Au niveau du dépôt de contact, seule la méthode par electroless a permis un dépôt sur les flancs des trous.

La détermination de la caractéristique courant-tension révèle un courant d'obscurité plus instable que celui du détecteur 3D à base de CdTe. Nous avons mesuré un courant de 50 nA à -60 V pour le détecteur avec un pas de 150 μm et une configuration de polarisation en Carrée, ce qui est faible par rapport aux valeurs mesurées pour le détecteur 3D à base de CdTe. Le dépôt d'or par electroless ne doit pas former un contact électrique homogène tout le long des électrodes du détecteur 3D à base de SI-GaAs.

Des mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ (60 et 122 keV) ont démontré la capacité du détecteur à compter des photons mais aussi sa très faible efficacité de détection (0,05%). Le signal observé est très bruité. Ce bruit peut-être dû au mauvais contact électrique dans la géométrie 3D et à un bruit capacitif plus important pour le détecteur 3D à base de SI-GaAs (électrodes plus rapprochées que pour celui à base de CdTe).

Pour la suite, nous devons insister sur le dépôt par pulvérisation pour améliorer les performances de ces détecteurs.

Conclusion

Deux étapes importantes dans le développement des détecteurs 3D ont été décrites dans ce chapitre, avec notamment la fabrication de deux dispositifs à base de CdTe:Cl et de SI-GaAs.

Le détecteur 3D à base de CdTe:Cl apporte la preuve de faisabilité et de fonctionnement sous rayonnement de la géométrie 3D avec un autre matériau que le Si. Nous avons réalisé un détecteur constitué d'une cellule de détection (matrice de 3 x 3 trous avec un pas de 350 μm).

L'usinage laser cause des dégradations de surface sur les flancs des trous. Ces dégradations entraînent un fort courant d'obscurité (mesuré à 300 nA à -20 V).

Des mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ (60 et 122 keV) ont démontré la capacité du détecteur à compter des photons et à être discriminant entre ces deux énergies. Le courant d'obscurité amène une forte baisse de la résolution en énergie (30% à 60 keV et 35% à 122 keV) par rapport aux détecteurs planaires avec ce même matériau. Deux configurations de polarisation ont été testées : Losange (alternance de cathode et d'anode) et Carrée (anode centrale entourée de cathodes). Les mesures montrent que la configuration Carrée semble permettre une meilleure efficacité de collecte des charges. Ce qui est différent de ce que nous pensions avoir, au vu de la distribution du champ électrique plus homogène dans la configuration Losange.

Des mesures spectrométriques sous irradiation de rayons X synchrotron ont permis de cartographier la réponse du détecteur 3D en configuration Carrée. Elles ont montré l'homogénéité de l'efficacité d'absorption et de collection des charges (>80%) sur toute la surface du détecteur. En outre, ces mesures ont également permis la validation d'un outil de simulation numérique de l'induction de charge par la méthode des éléments finis.

La réalisation du détecteur 3D à base de SI-GaAs (Freiberger VGF) constitue l'aboutissement de ces travaux de thèse.

Plusieurs problèmes techniques plus ou moins bloquants se sont succédés dans la fabrication de ce détecteur. Les trous usinés par laser ont une forme plus irrégulière que pour le CdTe et restent très coniques. Nous n'avons pas réussi à déposer une électrode tout le long des trous par la méthode de pulvérisation, malgré sa propriété isotrope. Le dépôt par évaporation, trop directif, n'a pas été testé.

Le dispositif final est constitué d'une matrice 3 x 3 trous avec un pas de 150 μm entre les électrodes. Un dépôt d'or par electroless et des fils d'or de 50 μm de diamètre assurent le contact électrique et la connexion avec le circuit de lecture.

La détermination de la caractéristique courant-tension du détecteur semble montrer que la formation du contact électrique n'est pas homogène tout le long des électrodes de la géométrie 3 D. Les premières mesures spectrométriques sous photons γ (60 et 122 keV) prouvent la capacité du détecteur à compter des photons (objectif de ces travaux) mais révèle sa faible sensibilité de comptage, peut être due au fort bruit du détecteur et à une faible longueur de déplétion entre les électrodes.

La suite de ces travaux sur le développement de détecteurs 3D à base de SI-GaAs devra permettre de résoudre les différents problèmes rencontrés.

Des modifications de l'usinage laser seront nécessaires pour améliorer la forme des trous. Une gravure supplémentaire type plasma sera à étudier pour nettoyer les flancs des trous et ainsi réduire fortement le courant d'obscurité (et ses instabilités) du détecteur.

Un travail plus approfondi sur le dépôt des électrodes sur les flancs des trous est primordiale pour optimiser le contact électrique et les performances du détecteur 3D. Des moyens tels que la rotation de l'échantillon pendant le dépôt ou un dépôt double-face sont envisagés.

Enfin, l'accent doit être mis sur la conception d'un détecteur / prototype pour l'imagerie médicale, ce qui implique l'usinage et la connexion d'une grande matrice de trous. Dans ce cas, un usinage parallèle des trous, par RIE (si les avancées de cette technique permettent la gravure de 500 μm de GaAs) ou en multipliant les faisceaux laser, est considéré. De même, une réflexion poussée sur la connectique (remplissage des trous par un métal et connexion typique de micro-électronique) devra être entreprise.

Conclusion et Perspectives

Ces travaux de thèse portent sur le développement d'une nouvelle génération de détecteurs micro-structurés à base de semi-conducteurs pour l'imagerie médicale de rayons X. L'application visée est la radiographie (avec une gamme d'énergie des photons incidents comprise entre 20 et 100 keV).

Actuellement, et essentiellement au niveau de la recherche, le CdTe et le CdZnTe constituent les matériaux semi-conducteurs de référence pour cette application.

Ces travaux se placent dans un contexte d'avenir. La norme européenne RoHS limite l'utilisation du Cadmium afin de lutter contre sa dissémination environnementale. Le milieu médical n'est pas encore visé par cette norme mais finira par le devenir. Dans ce cadre, un semi-conducteur différent, ainsi qu'une nouvelle géométrie de détection doivent donc être choisis. En effet, les détecteurs à base de CdTe possèdent généralement une structure planaire (électrodes déposées en pleine face) qui impose une contrainte sur l'épaisseur du matériau à laquelle ce semi-conducteur répond le mieux.

Pour répondre à ces objectifs, une étude bibliographique sur ces deux thèmes a donc été réalisée. Puis différentes études expérimentales ont été menées afin de caractériser le semi-conducteur et la géométrie, dans le but de converger vers le développement d'un prototype final.

Un état de l'art relativement complet sur les semi-conducteurs massifs (afin de répondre au critère d'absorption des photons inhérent à l'imagerie médicale) pour la détection de radiation a été établi. Ils peuvent être classés en deux catégories : les semi-conducteurs classiques (Si, GaAs, InP) dont la maîtrise technologique est assurée et ceux plus prospectifs (polymères, chalcogénures), moins matures. Les matériaux chalcogénures semblent particulièrement intéressants, avec une grande résistivité mais les propriétés de transport des charges n'ont pas été publiées. Ces matériaux sont à suivre. Pour ces travaux, un semi-conducteur classique a été préféré et le GaAs s'est distingué, avec notamment des performances spectroscopiques atteintes pour des détecteurs avec une épaisseur de 150-200 μm . La difficulté à obtenir un bon contact Schottky sur ce matériau a également été mise en évidence.

Pour les architectures de détection, plusieurs géométries innovantes ont été mises en avant (géométrie 3D, nanofils et micro-bolomètres). Les micro-bolomètres (sensibilité du

thermomètre pour nos énergies difficile à atteindre) et les nanofils (même principe que la géométrie 3D mais structure plus prospective) ont été écartés. La géométrie 3D avec le Si est particulièrement étudiée pour la détection de particules lourdes. Elle découple l'absorption des photons et la collecte des charges, ce qui permet de rapprocher les électrodes afin d'être plus efficace tout en conservant l'épaisseur de matériau imposée par l'application. Des simulations de la géométrie 3D montrent que cette structure rend spectrométrique un matériau qui ne l'est pas avec une structure planaire (pour l'épaisseur nécessaire à l'imagerie médicale), comme le GaAs épitaxié, en choisissant le pas entre les électrodes inférieur au libre parcours moyen des charges dans le matériau.

Dans cette thèse, le choix s'est donc porté sur la géométrie 3D. La structure 3D nécessite de maîtriser l'usinage des trous pour les électrodes, le dépôt des électrodes sur le flanc des trous et la connexion des électrodes au circuit de lecture. Ces étapes technologiques entraînent des conséquences fonctionnelles, telles que la fragilisation du cristal, la préservation des propriétés de transport du matériau ou la stabilité temporelle des contacts, qui sont à estimer.

L'évaluation du GaAs a été réalisée en structure planaire (permettant un test rapide) dans le but de choisir un matériau et une électrode à déposer pour la géométrie 3D qui rendent possible le comptage des photons. Plusieurs fournisseurs de matériau (WT, CMK, Freiburger) et différentes électrodes métalliques et techniques de dépôt (electroless Au, pulvérisation et évaporation Ti/Pt/Au, évaporation Ti/Au) ont été testés.

Les déterminations des caractéristiques courant-tension ont révélé une forte densité de courant d'obscurité (entre 0,2 et 60 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$) pour l'ensemble des détecteurs (à cause notamment de la géométrie non optimisée pour la résistivité intrinsèque du matériau). Mais la forte résistivité apparente mesurée aux tensions de travail, de l'ordre de $10^{10} \Omega\cdot\text{cm}$, montre que l'on peut s'attendre à réduire le bruit du détecteur en rapprochant les électrodes. Le contact déposé par pulvérisation amène le plus fort courant.

Les mesures de photocourant sous rayonnement X par intégration ont mis en évidence le piégeage des charges et la faible zone sensible dans le matériau estimée à 60 μm . Pour ces conditions testées (dose et épaisseur), le GaAs n'est pas assez sensible pour être utilisable en intégration.

Les mesures sous irradiation de photons gamma prouvent le comptage de photons pour certaines combinaisons matériau / électrodes.

De ces différentes mesures, le GaAs de Freiburger se démarque, pour tous les contacts testés.

La gravure des trous dans le semi-conducteur est une étape primordiale dans l'élaboration d'un détecteur 3D et nécessite une maîtrise du procédé. Dans l'objectif de pouvoir usiner un grand rapport d'aspect (épaisseur moyenne d'un semi-conducteur supérieure à 300 μm pour l'imagerie médicale à 50 keV) et d'être indépendant vis-à-vis du matériau (non choisi à ce stade de l'étude), l'usinage par laser a été préféré par rapport aux autres gravures envisagées (chimique, plasma RIE-ICP, mécanique). Néanmoins, l'usinage par laser provoque de fortes dégradations sur la surface du matériau (micro-fissures, zone affectée thermiquement). Le banc d'usinage laser utilisé dans le cadre de ses travaux a été

conçu au sein du LILM (CEA-Saclay). Un laser impulsif Nd : YLF, avec une durée d'impulsion de 41 ns, une longueur d'onde de 263 nm, une énergie de 333-650 μJ /impulsion et une cadence de 3 kHz, a été choisi par le LILM pour garantir un usinage efficace des semi-conducteurs.

Un premier essai d'usinage sur du CdTe a permis l'atteinte d'un grand rapport d'aspect de 50 : 1 (diamètre de trous de 20 μm pour une épaisseur de matériau de 1 mm) et prouve la capacité de l'usinage laser à graver un grand nombre de trous (60 000). La capacité de la méthode électroless à déposer un contact tout le long des trous ainsi que la bonne répétabilité de l'usinage laser ont été montrés. Mais, la forte conicité des trous a été aussi mise en évidence : le diamètre est divisé par quatre entre la face d'entrée du laser et les premiers 250-300 μm d'épaisseur de semi-conducteur. Ensuite, le diamètre du trou reste constant le long de l'épaisseur.

Des études plus approfondies de l'usinage du GaAs ont cherché à évaluer les dégradations de surface causées par la gravure laser. Pour cela, plusieurs modes d'imagerie de microscopie électronique à balayage ont été utilisés. L'analyse topographique (par électrons secondaires) des échantillons a montré la présence de micro-fissures sur les flancs des trous. Ces craquelures sont sources de pièges pour les porteurs de charges. Sur la surface du semi-conducteur, la matière ablatée resolidifiée autour des trous nécessite un polissage mécanique des échantillons. Avec l'analyse chimique (par électrons rétrodiffusés) des régions proches de trous, nous n'avons pas observé de zone avec une composition chimique différente de l'échantillon initial (pas de zone avec des atomes de Ga ou d'As en excès). Enfin, l'analyse cristallographique (par diffraction des électrons rétrodiffusés) a montré que le GaAs usiné reste monocristallin, sans désorientation cristalline, dans une zone très proche des trous. La zone affectée thermiquement (ZAT) par l'usinage laser n'a pas été observée. Cependant, il est important de noter que ces études ont été réalisées sur un échantillon ayant subi des procédés techniques supplémentaires (désoxydation chimique et dépôt de contact). Ces procédés ont pu supprimer une zone du matériau que nous n'avons pas étudiée.

Deux essais afin de réduire la conicité des trous ont également été présentés dans ces travaux. La variation de l'énergie de l'impulsion laser et du nombre d'impulsions laser par trou ne modifie pas de manière sensible la forme et la conicité des trous. Un rendement laser de 2,8 μm / impulsion a été mesuré pour une puissance comprise entre 1,5 et 1,85 W. Le choix de la puissance laser et du nombre de tirs reste donc un compromis entre un usinage efficace (durée de la gravure, épaisseur de matériau à traverser, diamètre de trou souhaité) et les dégradations de l'état de surface des trous (qui ont tendance à augmenter avec la puissance laser) provoquées par le laser. L'ajout d'une gravure chimique après l'usinage laser permet une certaine réduction de la conicité des trous (le diamètre en sortie laser passe de 20 à 30 μm après une attaque par acide citrique). Cependant, les micro-fissures créées par le laser constituent une direction privilégiée pour l'attaque chimique, ce qui tend à dégrader encore plus fortement l'état de surface des trous. L'idée d'une gravure supplémentaire, à choisir plus directionnelle, reste intéressante pour nettoyer les flancs des trous.

Pour finir, deux types de connectiques des électrodes vers un circuit électronique ont été développés. Le premier, basé sur l'insertion manuelle de fils métalliques dans les trous, permet un contact électrique correct et favorise un test rapide de nos dispositifs 3D. La deuxième méthode consiste à remplir les trous par un métal (simulation du procédé avec de la

laque d'argent) puis de relier les électrodes au circuit électronique par micro-câblage filaire (connexion typique de la micro-électronique). Plus complexe, c'est une méthode de ce type qu'il faudra développer pour de futurs détecteurs 3D avec un grand nombre de trous et un faible pas entre les trous.

Afin de valider le concept de la géométrie 3D pour un autre matériau que le Si, un détecteur 3D à base de CdTe:Cl a été développé. Ce détecteur apporte la preuve de faisabilité technique et du fonctionnement sous rayonnement X et γ de la structure. Un prototype constitué d'une seule cellule de détection (3 x 3 trous avec un pas de 350 μm entre les électrodes, 1,6 mm d'épaisseur de matériau) a été réalisé. Ce motif permet le test de deux types de configuration de polarisation nommées Losange (alternance de cathodes et d'anodes) et Carrée (anode centrale entourée de cathodes). Une distribution du champ électrique plus homogène pour la configuration Losange est attendue (présence de zones avec un champ faible dans les angles de la configuration Carrée qui devraient diminuer l'efficacité de collecte des charges du détecteur).

Un fort courant d'obscurité a été mesuré (300 nA à -20 V pour la configuration Carrée). Ces valeurs élevées sont causées par les dégradations de l'état de surface des électrodes suite à l'usinage laser. La résolution en énergie (due au bruit électronique du détecteur) est estimée à 15 keV.

Malgré un fort bruit attendu, des mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ (60 et 122 keV) ont démontré la capacité du détecteur à compter des photons et à être discriminant entre ces deux énergies. Des résolutions en énergie de 17 keV à 60 keV et de 43 keV à 122 keV ont été mesurées pour les deux configurations. La diminution de la résolution en énergie à 122 keV peut s'expliquer par le plus grand volume de matériau traversé pour les photons de 122 keV par rapport à ceux de 60 keV (qui sondent la surface du matériau). La résolution en énergie à 122 keV serait alors soumise aux variations de collecte des charges dans le volume du détecteur. L'étude de la variation du nombre de coups dans le spectre et de l'efficacité de collecte en fonction des configurations de polarisation montre que la configuration Carrée semble permettre une meilleure efficacité de collecte des charges par rapport à la configuration Losange.

Enfin, des mesures spectrométriques sous irradiation de rayons X synchrotron à 60 keV ont permis de cartographier la réponse du détecteur 3D en configuration Carrée. Elles ont démontré l'homogénéité de l'efficacité d'absorption des photons incidents et de l'efficacité d'induction des charges (estimée supérieure à 80%) sur toute la surface du détecteur. D'autre part, ces mesures ont également permis la validation d'un outil de simulation numérique de la géométrie et de l'induction de charges dans le détecteur, par la méthode des éléments finis.

Ces différentes études expérimentales aboutissent au développement du dispositif final de ces travaux, un détecteur 3D à base de GaAs semi-isolant. Le choix du matériau s'est porté sur celui révélé par l'étude en structure planaire, le SI-GaAs de Freiberg (croissance VGF, épaisseur de 600 μm).

Dans la réalisation de cet échantillon, plusieurs problèmes techniques, plus ou moins bloquants, ont été rencontrés. Les trous usinés par laser ont une forme plus irrégulière que pour le CdTe et restent toujours coniques. Au niveau du dépôt de contact, seule la méthode par electroless a permis un dépôt sur les flancs des trous. L'évaporation, trop directive n'a pas été testée et la pulvérisation n'a permis un dépôt qu'au sommet des trous, malgré son caractère isotrope.

Le dispositif final est constitué d'une seule cellule de détection, avec une matrice 3 x 3 trous et un pas de 150 μm entre les électrodes. Un dépôt d'or par electroless et des fils d'or de 50 μm de diamètre assurent le contact électrique et la connexion avec le circuit de lecture.

La détermination de la caractéristique courant-tension révèle un courant d'obscurité plus instable que celui du détecteur 3D à base de CdTe. Un courant d'obscurité de 50 nA à -60 V a été mesuré pour le détecteur configuré en Carrée. Ces valeurs nous semblent faibles par rapport à celle du détecteur 3D à base de CdTe. Le dépôt d'or par electroless ne doit pas former un contact électrique homogène tout le long des électrodes du détecteur 3D à base de SI-GaAs.

Pour finir, des mesures spectrométriques sous irradiation de photons γ de 60 et 122 keV ont démontré la capacité du détecteur à compter des photons mais aussi sa très faible efficacité de détection (0,05%). Le bruit du détecteur, causé par les fortes instabilités du courant d'obscurité et par un bruit capacitif plus important pour le détecteur 3D à base de SI-GaAs (électrodes plus rapprochées que pour celui à base de CdTe), ainsi qu'une déplétion non totale entre les électrodes du détecteur peuvent expliquer cette faible efficacité.

Cependant, malgré des efforts technologiques conséquents à faire, ces résultats concrétisent la réussite de notre objectif : développer un détecteur 3D à base de GaAs qui permet le comptage des photons.

Ces travaux ouvrent de nouvelles perspectives.

A court terme, de nouvelles études sur le matériau GaAs pourront être envisagées. Des mesures capacité-tension ou de champ électrique par effet Pockels devraient apporter une meilleure évaluation de la longueur de la zone de déplétion dans ce semi-conducteur. Ce qui permettra de mieux estimer le pas et la tension de polarisation nécessaires pour la géométrie 3D. L'essai de l'électrode obtenue par dépôt de l'alliage eutectique NiGeAu, fournissant un contact ohmique sur le GaAs, est aussi à étudier dans l'objectif de choisir le contact électrique le plus optimal pour ce matériau.

Des améliorations de l'usinage laser seront obligatoires pour améliorer la forme des trous, et réduire notamment leur forte conicité. Plusieurs solutions sont envisagées. Parmi elles, nous pouvons citer les changements de polarisation (circulaire au lieu de rectiligne) et de point de focalisation (dans l'épaisseur du matériau au lieu de la surface) du faisceau laser. Des modifications du protocole d'usinage, comme la gravure sous vide ou l'utilisation d'une couche sacrificielle de 250-300 μm d'épaisseur de matériau, sont également proposées. Enfin, l'ajout d'une gravure supplémentaire type plasma sera à étudier pour nettoyer les flancs des trous et ainsi réduire fortement le courant d'obscurité (et ses instabilités) du détecteur.

Pour finir, le passage à un usinage par laser femtoseconde pourrait résoudre les problèmes de conicité et de dégradations de surfaces, mais ces appareils sont moins développés.

Un travail plus approfondi sur le dépôt des électrodes sur les flancs des trous sera également primordiale afin d'optimiser la formation d'un contact électrique homogène et d'améliorer les performances du détecteur 3D. Des moyens tels que la rotation de l'échantillon pendant le dépôt ou un dépôt double-face sont envisageables.

A long terme, la réflexion doit être poussée sur la conception d'un prototype pour l'imagerie médicale, ce qui implique l'usinage et la connexion d'une matrice de trous sur une grande surface (jusqu'à 43x43 cm²). La surface des wafers de semi-conducteurs étant limitée par la croissance (8 pouces en LEC pour le GaAs), le pavage des wafers devra être étudié. Pour graver une grande surface, un usinage parallèle des trous, par Reactive Ion Etching ou Inductively Coupled Plasma etching (si les avancées de ces techniques permettent la gravure de plus de 300 µm de GaAs) ou en multipliant les faisceaux laser, est à considérer. De même, le développement complet d'une connectique basée sur le remplissage des trous par un alliage eutectique et une connexion typique de micro-électronique (flip-chip, bump-bonding) devra être réalisé, avec la résolution des problèmes techniques que cela implique (stress mécanique du matériau, qualité des interfaces).

Références bibliographiques

- Amendolia, S.R., et al., “Characterization of a mammographic system based on single photon counting pixel arrays coupled to GaAs x-ray detectors”. *Medical Physics*. **2009**. 36(4): p. 1330-1339.
- Ayzenshtat, G.I., et al., “Gamma-ray detectors based on GaAs < Cr > for nanostructural investigations”. *Russian Physics Journal*. **2008**. 51(10): p. 1037-1052.
- Bäuerle, D., “Laser Processing and Chemistry”. 3rd ed. *Springer*, Berlin Heidelberg, New York. **2000**.
- Bertolucci, E., et al., “Electrical characterization and detection performances of various semi-insulating GaAs crystals for low energy X-rays”. In *IEEE Conference Record*. Vols 1-4. **1994**. IEEE: New York. p. 254-257.
- Berrier, A., et al., “Impact of feature-size dependent etching on the optical properties of photonic crystal devices”. *Journal of Applied Physics*. **2008**. Vol. 103. Issue 9. p: 096106 - 096106-3.
- Bourgoïn, J.C., “A new GaAs material for X-ray imaging”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2001**. 460(1): p. 159-164.
- Breelle, E., et al., “Performances of epitaxial GaAs detectors”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2003**. 509(1-3): p. 26-29.
- Boër, K. W., “Survey of Semiconductor Physics Volume II: Barriers, Junctions, Surfaces, and Devices”. **1992**.
- Casey, H.C., et al., “Concentration-dependence of absorption-coefficient for n-type and p-type GaAs between 1.3 and 1.6 eV”. *Journal of Applied Physics*. **1975**. 46(1): p. 250-257.
- Christophersen, M. and Philips, B.F., “Laser-micromachining for 3D silicon detectors”. In *IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*. **2010**. Knoxville, TN.

-
- Combrlié, S., et al., "Optimization of an inductively coupled plasma etching process of GaInP / GaAs based material for photonic band gap applications". *Journal of Vacuum Science and Technology B*. Vol. 23. Issue 4. **2005**.
 - Conway, A.M., et al., "Exploration of GaTe for gamma detection". In *2007 IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*. Vols 1-11. **2007**. IEEE: New York. p. 1551-1555.
 - Damayanthi, R.M.T., et al., "Development of a Gamma-Ray Detector With Iridium Transition Edge Sensor Coupled to a Pb Absorber". *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. **2009**. 19(3): p. 540-543.
 - Dierickx, B., et al, "On the diagnostic value of multi-energy X-ray imaging for mammography". In *European Optical Society Symposium*. **2009**.
 - Dmitriev, Y. et al, "Recent progress in TlBr radiation Detectors". In *IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*. **2006**. p. 3708-3710.
 - Donmez, B., et al., "The stability of TlBr detectors at low temperature". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2010**. 623(3): p. 1024-1029.
 - Doyle Miller, et al., "Laser drilling of vertical vias in silicon". *Sandia report SAND93-1772. UC-704*, Sandia National laboratories, U.S.A. **1993**.
 - Dubecky, F., et al., "Electrical and detection properties of particle detectors based on LEC semi-insulating InP". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **1998**. 408(2-3): p. 491-495.
 - Dubecky, F., et al., "Performance study of radiation detectors based on semi-insulating GaAs with P+ homo- and heterojunction blocking electrode". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2006**. 563(1): p. 159-162.
 - Dubecky, F., et al., "Performance of semi-insulating GaAs-based radiation detectors: Role of key physical parameters of base materials". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2007**. 576(1): p. 27-31.
 - El-Abassi, H. "Characterisation of semi-insulating GaAs and InP for use in Radiation Detection". *Thesis*. University of Surrey, Department of Physics. **2004**.

-
- Gandhi, T., et al. “Templated growth of cadmium zinc telluride (CZT) nanowires using pulsed-potentials in hot non-aqueous solution”. *Electrochimica Acta*. Vol. 51, Issue 26. **2006**. p. 5932-5942.
 - Giersch, J., Niederlohner, D., and Anton, G., “The influence of energy weighting on X-ray imaging quality”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2004**. 531(1-2): p. 68-74.
 - Golka, S., et al., “Time-multiplexed, inductively coupled plasma process with separate SiCl₄ and O₂ steps for etching of GaAs with high selectivity”. *Journal of Vacuum Science and Technology B*. Vol. 25. Issue 5. **2009**.
 - Gros d'Aillon, E.G., et al., “Simulation and experimental results on monolithic CdZnTe gamma-ray detectors”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **2005**. 52(6): p. 3096-3102.
 - Gros d'Aillon, E.G., “Etude des performances spectrométriques des détecteurs gamma CdZnTe / CdTe monolithiques”. *Thèse*. Université Joseph Fourier-Grenoble 1. **2005**.
 - Hitomi, K., Shoji, T., and Nlizeki, Y., “A method for suppressing polarization phenomena in TlBr detectors”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2008**. 585(1-2): p. 102-104.
 - Hoover, A.S., et al., “Microcalorimeter arrays for ultra-high energy resolution X- and gamma-ray detection”. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. **2009**. p. 1-6.
 - Intaniwet, A., et al., “Characterization of thick film poly(triarylamine) semiconductor diodes for direct X-ray detection”. *Journal of Applied Physics*. **2009**. 106(6): p. 7.
 - Intaniwet, A., et al., “Achieving a Stable Time Response in Polymeric Radiation Sensors under Charge Injection by X-rays”. *Acs Applied Materials & Interfaces*. **2010**. 2(6): p. 1692-1699.
 - Ivanco, J., et al., “Semi-insulating GaAs-based Schottky contacts in the role of detectors of ionising radiation: An effect of the interface treatment”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **1999**. 434(1): p. 158-163.
 - Kahler, D., et al.,” Performance of novel materials for radiation detection: Tl₃AsSe₃, TlGaSe₂, and Tl₄HgI₆”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2010**. 652(1): p. 183-185.
-

-
- Kanatzidis, G., et al., “Methods and composition for the detection of X-ray and gamma-radiation”. *Brevet WO 2012 / 021519 A2*. **2012**.
 - Kim, G., Huang, J., and Hammig, M.D., “An Investigation of Nanocrystalline Semiconductor Assemblies as a Material Basis for Ionizing-Radiation Detectors”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **2009**. 56(3): p. 841-848.
 - Klein, C.A., “Bandgap dependence and related features of radiation ionization energies in semi-conductors”. *Journal of Applied Physics*. **1968**. 39(4): p. 2029-&2038.
 - Klimentov, S.M., et al., “High rate deep channel ablative formation by picosecond;–nanosecond combined laser pulses”. *Applied Physics A Materials Science & Processing*. A 69, p. 633–636. **1999**.
 - Kok, A., et al. “High aspect ratio deep RIE for novel 3D radiation sensors in high energy physics applications”. In *IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*. **2009**. Orlando, FL.
 - Korytar, D., et al., “Study of crystal defects in radiation detector grade semi-insulating GaAs”. *IEEE Semiconducting and Semi-Insulating Materials Conference, SIMC*. **1999**. p. 331-334.
 - Kostamo, P., et al., “Characterisation of TlBr for X-ray and gamma-ray detector applications”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2009**. 607: p. 129-131.
 - Kostroun, V.O., Chen, M.H., and Craseman, B., “Atomic radiation transition probabilities to 1s State ant theoretical K-shell fluorescence yields”. *Physical Review A*. **1971**. 3(2): p. 533-545.
 - Kozlov, V., et al., “Improved Process for the Detector Grade TlBr Single Crystals”. In *2006 IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*. Vol. 1-6. **2006**. IEEE: New York. p. 3705-3707.
 - Kozorezov, A., et al., “Polarization effects in thallium bromide X-ray detectors”. *Journal of Applied Physics*. **2010**. 108(6): p. 10.
 - Kum, M.C., et al., “Synthesis and characterization of cadmium telluride nanowire”. *Nanotechnology*. **2008**. 19(32): pp. 7.
 - Lampert, A., Mark, P., “Current Injection in Solids”. *Academic Press, New York*, **1970**.

-
- Lintereur, A.T., et al., “Characterization of bismuth tri-iodide single crystals for wide band-gap semiconductor radiation detectors”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2010**. 652(1): p. 166-169.
 - Mandal, K.C., et al., “Layered III-VI Chalcogenide Semiconductor Crystals for Radiation Detectors”. In *Hard X-Ray, Gamma-Ray, and Neutron Detector Physics X*. **2008**. *Spie-Int Soc Optical Engineering*: Bellingham.
 - Menzel, F., et al., “High-aspect ratio microstructures in p-type GaAs and InP created by proton beam writing”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section B-Beam Interactions with Materials and Atoms*. **2011**. 269: p. 2457-2461.
 - Mills, C.A., et al. “Flexible radiation dosimeters incorporating semiconducting polymer thick films”. In *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*. **2009**. San Diego, CA.
 - Mott, N.F., Gurney, R.W., “Electronic processes in ionic crystals”. Edition 2d ed. *Oxford : Clarendon Press*. **1948**.
 - Nava, F., et al., “Performances of SI GaAs detectors fabricated with implanted ohmic contacts”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **1996**. 43(3): p. 1130-1136.
 - Nava, F., et al., “Improved performance of GaAs radiation detectors with low temperature ohmic contacts”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **1997**. 44(3): p. 943-949.
 - Nelson, A.J., et al., “X-ray photoemission analysis of chemically treated GaTe semiconductor surfaces for radiation detector applications”. *Journal of Applied Physics*. **2009**. 106(2): p. 5.
 - Nelson, A.J., et al., “Spectroscopic investigation of $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ treated GaSeTe for radiation detector applications”. *Materials Letters*. **2010**. 64(3): p. 393-395.
 - Niederlöhner, D., et al., “The energy weighting technique: Measurements and simulations”. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. **2005**. 546(1-2): p. 37-41.
 - Novelli, M., et al., “Semiconductor pixel detectors for digital mammography”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2003**. 509(1-3): p. 283-289.

-
- Oliveira, I.B., et al., "Purification and preparation of TLBR crystal for room temperature radiation detector applications". In *2003 IEEE Nuclear Science Symposium, Conference Record*, Vols 1-5. **2004**. IEEE: New York. p. 3436-3440.
 - Oliveira, I.B., et al., "Influence of crystalline surfaces on the TlBr radiation detector performance". In *2004 IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*, Vols 1-7. **2004**. IEEE: New York. p. 4407-4410.
 - Onodera, T., Hitomi, K., and T. Shoji, T., "Spectroscopic performance and long-term stability of thallium bromide radiation detectors". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2006**. 568(1): p. 433-436.
 - Owens, A., et al., "The X-ray response of TlBr". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2003**. 497(2-3): p. 370-380.
 - Owens, A. and Peacock, A., "Compound semiconductor radiation detectors". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2004**. 531(1-2): p. 18-37.
 - Pangaud, P., et al., "XPAD3: A new photon counting chip for X-ray CT-scanner". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2007**. 571(1-2): p. 321-324.
 - Parker, S.I., Kenney, C.J., and J. Segal, J., "3D - A proposed new architecture for solid-state radiation detectors". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **1997**. 395(3): p. 328-343.
 - Pellegrini, G., et al., "Technology development of 3D detectors for medical imaging". *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2003**. 504(1-3): p. 149-153.
 - Pellegrini G., "Technology development of 3D detectors for high energy physics and medical imaging". *Thesis*, University of Glasgow - Department of Electronics and Electrical Engineering. **2002**.
 - Pennicard, D., et al., "Synchrotron Tests of a 3D Medipix2 X-Ray Detector". *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **2010**. 57(1): p. 387-394.
 - Pennicard, D., et al., "Design, simulation, production and initial characterisation of 3D silicon detectors". *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A*:
-

- Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. **2009**. 598(1): p. 67-70.
- Ponpon, J.-P., “DéTECTEURS à semi-conducteur : Principes et matériaux pour la détection et l’imagerie des rayonnements nucléaires”. *Edition Ellipses*. **2007**.
 - Pribil, J., et al., “Quantum Imaging X-ray CT Systems Based on GaAs Radiation Detectors Using Perspective Imaging Reconstruction Techniques”. *Measurement Science Review*. **2009**. 9(1): p. 27-32.
 - Ramo, S., “Current Induced by Electron Motion”. *Proceedings of the I.R.E.* **1939**. Vol. 27 Issue 9 p. 584-585.
 - Rawal, D.S., et al., “A Reproducible High Etch Rate ICP Process for Etching of Via-Hole Grounds in 200 μm Thick GaAs MMICs”. *Journal of Semiconductor Technology and Science*. Vol. 8. No. 3. **2008**.
 - Rawal, D.S., et al., “Study of inductively coupled Cl_2/BCl_3 plasma process for high etch rate selective etching of via-holes in GaAs”. *Vacuum*. **2010**. Vol. 85. Issue 3. p: 452-457.
 - Roy, U.N., et al., “Crystal growth, characterization and fabrication of AgGaSe_2 crystals as a novel, material for room-temperature radiation detectors”. In *Hard X-Ray and Gamma-Ray Detector Physics Vi*. **2004**. Spie-Int Soc Optical Engineering: Bellingham. p. 177-180.
 - Ruat, M., et al., “3D Semiconductor radiation detectors for medical imaging: simulation and design”. In *2008 IEEE Nuclear Science Symposium and Medical Imaging Conference*. **2009**. IEEE: New York. p. 5241-5246.
 - Semendy, F., et al., “Front and back side processed unintentionally doped GaAs Schottky detectors for X-ray detection”. *Solid-State Electronics*. **2010**. 54(1): p. 1-3.
 - Sempau, J., et al., “An algorithm for Monte Carlo simulation of coupled electron-photon transport”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section B-Beam Interactions with Materials and Atoms*. **1997**. 132(3): p. 377-390.
 - Shahid, N., et al., “Ultrasharp ministop-band edge for subnanometer tuning resolution”. *Applied Physics Letters*. **2011**. Vol. 98. Issue 8. p: 081112 - 081112-3.
 - Shockley, W., “Currents to conductors induced by a moving point charge”. *Journal of Applied Physics*. Vol. 9. **1938**. p. 635-636.

-
- Shorohov, M., et al., “Surface processing of TlBr single crystals used for radiation detectors”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2009**. 607(1): p. 120-122.
 - Singh, N.B., et al., “Novel Quaternary Semiconductor Materials: Growth and Characterization”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **2009**. 56(3): p. 813-818.
 - Sun, G.C., et al., “State of the art on epitaxial GaAs detectors”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2005**. 546(1-2): p. 140-147.
 - Sun, G.C., et al., “Mobility-lifetime product in epitaxial GaAs X-ray detectors”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2007**. 573(1-2): p. 228-231.
 - Talbi, N., et al., “Electronic characterization of several 100 μm thick epitaxial GaAs layers”. *Journal of Materials Science-Materials in Electronics*. **2008**. 19(5): p. 487-492.
 - Tuller, H., et al., “Ionic junction for radiation detectors”. *Brevet WO 2012 / 021190 A2*. **2012**.
 - Verger, L., et al., “Performance and perspectives of a CdZnTe-based gamma camera for medical imaging”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **2004**. 51(6): p. 3111-3117.
 - Volatier, M., “Extremely high aspect ratio GaAs and GaAs/AlGaAs nanowaveguides fabricated using chlorine ICP etching with N_2 -promoted passivation”. *Nanotechnology*. **2010**. Vol. 21. No. 13: p. 134014.
 - Von Bardeleben, H.J., et al., “Identification of a defect in a semiconductor – EL2 in GaAs”. *Physical Review B*. **1986**. 34(10): p. 7192-7202.
 - Wulf, E.A., et al., “Wafer-bonded silicon gamma-ray detectors”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **2008**. 55(2): p. 790-796.
 - Yatskiv, R., Grym, J., and Zdansky, K., “Particle detectors based on semiconducting InP epitaxial layers”. *Journal of Instrumentation*. **2011**. 6(1).
 - Yatskiv, R., Zdansky, K., and Pekarek, L., “Room-temperature particle detectors with guard rings based on semi-insulating InP co-doped with Ti and Zn”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2009**. 598(3): p. 759-763.
 - Zaletin, V.M., et al., “Use of TlBr crystals for X- and gamma-ray detectors”. *Atomic Energy*. **2009**. 106(4): p. 272-275.
-

- Zdansky, K., Gorodynskyy, V., and Pekarek, L., “Detectors of Gamma Rays and Alpha Particles Based on Ta-Doped InP Converted to the Semi-Insulating State by Annealing”. *IEEE Transactions on Nuclear Science*. **2009**. 56(5): p. 2997-3001.
- Zwerger, A., et al., “Medipix2: Processing and measurements of GaAs pixel detectors”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a-Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*. **2007**. 576(1): p. 23-26.

Références internet

- [Internet @ 1] http://www.eugenol.com/attachments/0004/1830/cours_radiologie.pdf
- [Internet @ 2] <http://www.expresshealthcare.in/201010/radiologyspecial04.shtml>
- [Internet @ 3] <http://www.e-radiography.net/cr/dr/Digital%20Radiography%20Introduction%20Kodak.pdf>
- [Internet @ 4] <http://www.sectra.com/medical/>
- [Internet @ 5] <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CELEX:32002L0095:fr:HTML>
- [Internet @ 6] <http://www.nist.gov/pml/data/xcom/index.cfm>
- [Internet @ 7] <http://www.sintef.no/home/Information-and-Communication-Technology-ICT/Microsystems-and-Nanotechnology/Competence-and-services-/Silicon-radiation-sensors/Pad--Microstrip--and-Pixel-detectors/>
- [Internet @ 8] http://cmdo.cnrs.fr/IMG/pdf/Ferrand_Czochralski.pdf
- [Internet @ 9] <http://www.comsol.com/>
- [Internet @ 10] <http://www.its.caltech.edu/~spurgeon/Radial%20Junction.html>
- [Internet @ 11] <http://www.esrf.eu/>

Publication et communications

Conférences et séminaires :

Ces travaux de thèse ont fait l'objet d'une présentation :

- sous forme de poster à la conférence « European-Material Research Society », Symposium « Laser materials processing for micro and nano applications » (Nice, 2011).
- sous forme de présentation orale à la conférence « New Developments In Photodetection » (Lyon, 2011).
- sous forme de présentation orale lors d'un séminaire au CEA - Saclay - LILM (2010).

Publication :

Ces travaux de thèse ont, pour le moment, donné lieu à la publication suivante :

- Marie-Laure Avenel, Daniel Farcage, Marie Ruat, Loïck Verger, Eric Gros d'Aillon, « Development and characterization of a 3D CdTe:Cl semiconductor detector for medical imaging ». *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section a- Accelerators Spectrometers Detectors and Associated Equipment*, 671, p. 144-149. 2012.