



HAL
open science

Vers un laser germanium dopé N et contraint en tension

Malo De de Kersauson Kersauson

► **To cite this version:**

Malo De de Kersauson Kersauson. Vers un laser germanium dopé N et contraint en tension. Autre [cond-mat.other]. Université Paris Sud - Paris XI, 2013. Français. NNT: 2013PA112107. tel-00864954

HAL Id: tel-00864954

<https://theses.hal.science/tel-00864954v1>

Submitted on 23 Sep 2013

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.

UNIVERSITE PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE : STITS
Institut d'Électronique Fondamentale

DISCIPLINE PHYSIQUE

THÈSE DE DOCTORAT

soutenue le 26/06/2013

par

Malo DE KERSAUSON

**Vers un laser germanium
dopé N et contraint en tension**

Directeur de thèse :
Encadrant de thèse :

Philippe BOUCAUD
Moustafa EL KURDI

Directeur de recherche (Université Paris Sud 11)
Maitre de conférence (Université Paris Sud 11)

Composition du jury :

Président du jury :
Rapporteurs :

Eric TOURNIE
Vincent CALVO
Nicolas BERTRU
Giovanni CAPELLINI
Eric TOURNIE

Professeur (Université Montpellier 2)
Ingénieur (CEA)
Professeur (Insa-Rennes)
Professeur (Università degli Studi Roma Tre)
Professeur (Université Montpellier 2)

Examineurs :



Thèse réalisée à l'Institut d'Électronique Fondamentale
centre scientifique d'Orsay, université Paris Sud 11
bâtiment 220, rue André Ampère
F-91405 Orsay cedex

Tél : +33 1 69 15 76 12

Web : <http://www.ief.u-psud.fr>
<http://pages.ief.u-psud.fr/QDgroup/>

Sous la direction de Philippe Boucaud philippe.boucaud@ief.u-psud.fr

Co-encadrement Moustafa El Kurdi moustafa.el-kurdi@ief.u-psud.fr

Financement Allocation de recherche de la Région Ile-de-France

Remerciements

Rédiger une thèse n'est pas un travail isolé. Cela nécessite bon nombre de qualités et j'ai été suffisamment entouré pour palier à mes insuffisances.

Je commencerai donc par remercier mon directeur Philippe Boucaud. Ses vastes connaissances, son efficacité et sa méthode sont pour moi un modèle sans équivalent, et son savant mélange de fermeté et de patience a fait des miracles. Tant du point de vue professionnel que personnel, son investissement a largement dépassé ce qui est attendu d'un directeur de thèse.

En encadrant mes travaux, Moustafa El Kurdi a fait preuve d'une implication totale. Ces recherches ont considérablement bénéficié de son énergie et de sa puissance de travail sans que je l'en aie suffisamment remercié. Je voudrai le faire ici tout en rendant hommage à sa persévérance hors normes.

Les échantillons et mesures présentés dans ce manuscrit n'ont pu voir le jour que par la participation d'Abdelhamid Ghrib, Mathias Prost, Isabelle Sagnes, Ludovic Largeau et Marc Chaigneau. Je les remercie de leur grande implication dans ces recherches. Le travail avec eux a été des plus agréables.

La vie au laboratoire aurait été bien fade sans les piques, remarques caustiques et taquineries de Frédéric Aniel, Xavier Checoury, Sébastien Sauvage et Eric Akmansoy. Je les remercie grandement et en profite pour affirmer une fois de plus que le germanium lasera.

Pour finir, je rend justice à Virginie Tissier, Clémence Agnez, Tanguy et Mathieu Sassolas, Paul-henri Tichit, Eric Tea et mes affreux cousins en les remerciant pour la joie de vivre, les conseils, les rires, le quotidien.

Table des matières

Remerciements	i
Table des matières	iii
Table des figures	vii
Introduction	1
1 Comment obtenir un laser germanium	5
1.1 De la difficulté d'obtenir un laser sur silicium	6
1.1.1 Cas du germanium	8
1.1.2 Calcul k·p	10
1.2 Modification de la structure de bande	11
1.2.1 Élasticité linéaire	11
1.2.2 Influence de la déformation sur la structure de bande	15
1.2.3 Blister test	20
1.2.4 En présence de cisaillement.	25
1.3 Influence du dopage	26
1.3.1 Introduction d'une population en L à l'équilibre.	26
1.3.2 Renormalisation de la bande interdite	29
1.4 Gain dans le germanium	29
1.4.1 Densité de porteurs	30
1.4.2 Calcul du gain optique	36
1.5 Conclusion	37
Points clés	38
2 Épitaxie de germanium sur InGaAs	39
2.1 Problématique de l'hétéroépitaxie	40
2.2 Croissance	42

2.3	Analyse de la qualité cristalline	43
2.3.1	Imagerie TEM	43
2.3.2	Mesure de diffraction par rayons X	44
2.3.3	Mesures Raman	49
2.4	Analyse de la déformation du germanium sur InGaAs par photoluminescence	51
2.4.1	Banc de caractérisation optique.	51
2.4.2	Mesures	52
2.4.3	Évolution avec l'épaisseur	55
2.5	Bilan des mesures de déformations	57
2.5.1	Comparaison des mesures Raman, rayons X et de photoluminescence	57
2.5.2	Compromis entre déformation et guidage efficace	59
2.6	Conclusion	62
	Points clés	63
3	Déformation du germanium par dépôt de nitrure	65
3.1	Principe de la déformation par dépôt PECVD	66
3.1.1	Propriétés des dépôts de nitrure	67
3.1.2	Contraintes mécaniques des dépôts PECVD de nitrure de silicium.	69
3.2	Transfert de contrainte d'un dépôt de nitrure à un substrat de germanium	74
3.3	Guides de germanium sur GaAs	79
3.3.1	Conception des couches minces de germanium sur substrat III-V	79
3.3.2	Les différentes structures étudiées	82
3.3.3	Fabrication	83
3.3.4	Simulations par éléments finis du comportement des structures	84
3.3.5	Conformité	91
3.3.6	Influence sur la réflectivité.	93
3.3.7	Photoluminescence sous pompage optique continu	96
3.4	Microdisques	105
3.4.1	Modes de galerie	106
3.4.2	Description des structures	107
3.4.3	Simulation de la déformation	111
3.4.4	Photoluminescence	118
3.5	Conclusion	125
	Points clés	127

4 Fils photoniques	129
4.1 Fabrication des fils	129
4.2 Photoluminescence	132
4.3 Mesures du gain par variation de la longueur d'éclairement	136
4.4 Mesures sans filtrage spatial	138
4.5 Modélisation du gain dans la structure	140
4.6 Élargissement de la résonance	142
4.7 Conclusion	143
Points clés	144
Conclusion et perspectives	147
Liste des publications	149
Bibliographie	151

Table des figures

1.1.1	Structure de bande du silicium à température ambiante[1].	7
1.1.2	Processus concurrents diminuant l'efficacité de l'émission dans un matériau à bande interdite indirecte. (a) : recombinaison radiative directe. (b) : thermalisation. (c) : recombinaison radiative indirecte. (d) : recombinaison non-radiative.	7
1.1.3	Structure de bande du Germanium à 300K[1].	9
1.2.1	Effet d'une force surfacique sur un solide homogène isotrope. L'élongation est représentée en rouge, la compression en bleu. Les flèches larges suivent les axes des forces. Les flèches étroites représentent les effets transverses. (a) cube de côté a. (b) effet d'une contrainte axiale σ en tension et en compression sur le cube. (c) Effet d'une contrainte biaxiale. (d) Effet d'une contrainte de cisaillement sur le cube vu de face.	12
1.2.2	Effet d'un différentiel de contrainte σ en tension unidirectionnel suivant y. L'élongation est représentée en rouge, la compression en bleu. Les flèches larges suivent les axes des forces. Les flèches étroites représentent les effets transverses.	15
1.2.3	(a) Calculs à basse température des structures de bande du germanium relaxé en haut et sous une déformation biaxiale de 3% dans le plan (001) en bas. À 3% de déformation, le minimum de la bande de conduction se trouve en Γ , et le germanium est donc à bande interdite directe. (b) Évolution des minima des bandes en fonction de la déformation $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = \varepsilon_{\parallel}$. (c) Évolution de la bande interdite directe $E_G(\Gamma) = E_c(\Gamma) - E(lh)$ et indirecte $E_G(L) = E_c(L) - E(lh)$. Les courbes se croisent pour une déformation de 1.9%, indiquant une transition depuis une structure à bande interdite indirecte vers une structure à bande interdite directe. [2]	17

1.2.4	(a) Schéma de la répartition des trous entre bande de trous lourds et de trous légers pour une déformation faible. (b) évaluation de la luminescence du germanium pour différents niveaux de contraintes. La densité d'états dans la bande de trous légers n'est toujours pas suffisante à 0.7% de déformation pour que les recombinaisons avec cette bande dominant le spectre, malgré la plus faible énergie de la recombinaison.	19
1.2.5	En haut : vue schématique du blister test. Le rayon a de la membrane et son épaisseur h sont indiqués. Le liquide est illustré par la zone grisée. En bas : amplitude calculée du déplacement de la membrane pour une épaisseur de $28\mu\text{m}$ sous une pression d'eau de 2.5MPa . L'échelle verticale varie de 0 à $38\mu\text{m}$. Le diamètre du blister est 1.45mm	21
1.2.6	Déplacement vertical du centre de la membrane (échelle de gauche) en fonction de la pression appliquée. Les carrés correspondent aux points expérimentaux. Les lignes en pointillé correspondent à la modélisation en supposant une déformation purement élastique. Les lignes pleines correspondent à la modélisation prenant en compte les effets non-linéaires dus à la plasticité. L'échelle de droite correspond à la déformation biaxiale calculée par le solveur en fonction de la pression au centre de la membrane.	22
1.2.7	Spectres de photoluminescence de la membrane de germanium pour différentes pressions exercées, indiquées à droite sur la figure. Les courbes sont décalées pour la lisibilité de la figure. Le rapport signal sur bruit est plus faible à forte pression en raison de la coupure du détecteur.	23
1.2.8	Variation de la position du maximum de photoluminescence en fonction de la déformation dans le plan (carrés). Le maximum est extrait des mesures présentées à la figure 1.2.7. La déformation correspondante en abscisse est déterminée par la relation 1.2.12 en se basant sur le déplacement vertical mesuré expérimentalement. Les lignes pleines présentent l'évolution selon la relation 1.2.10 du maximum de photoluminescence en fonction de la déformation. . .	24
1.3.1	Structure de bande du germanium relaxé sous l'effet d'une forte densité de porteurs. La zone noire correspond à un peuplement important des vallées L et Γ	26

1.3.2	Processus de dopage GILD. Il s'effectue sous un vide poussé où est introduit un gaz précurseur, du PCl_3 (a). Un laser impulsionnel dont l'énergie et la durée d'impulsion sont calibrés liquéfie le germanium sur une couche variant de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres en fonction de la fluence du laser (b-c). Après le tir, le gaz présent diffuse dans le germanium liquéfié (d). Le phosphore est alors piégé dans les sites substitutionnels lors de la recristallisation (e-f).	27
1.3.3	Spectres de photoluminescence du germanium calculés (a) et mesurés (b) pour différents niveaux de dopage. Le dopage expérimental est effectué par GILD. Une partie des spectres présentés en (b) est masquée par la coupure du détecteur InGaAs refroidi à l'azote utilisé pour ces mesures[3].	28
1.4.1	Influence de la déformation biaxiale sur la population n_r/n_{total} à température ambiante en fonction de la population de porteurs injectée[4].	33
1.4.2	Évolution du rapport n_r/n_{total} en fonction de la déformation uniaxiale appliquée pour deux orientations différentes du cristal[5].	33
1.4.3	(a) Comparaison des différents calculs d'absorption porteurs libres à $1.55 \mu\text{m}$ en fonction de la densité de porteurs photogénérés, pour un dopage de $1 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$. D'après les calculs de Carroll, l'effet laser dans le germanium sur Si annoncé par le MIT est impossible. (b) Evolution de l'absorption par porteurs libres en fonction de la longueur d'onde, pour deux niveaux d'injection.	35
1.4.4	(a) Densité de porteurs à injecter pour atteindre le seuil de transparence en fonction de la déformation biaxiale suivant $\langle 001 \rangle$ appliquée. Le dopage considéré est de $2 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$. (b) Gain optique calculé dans du germanium contraint à 0.7% de façon biaxiale, en fonction de la longueur d'onde pour différentes valeurs de dopage. L'injection considérée est de $2 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$	36
2.1.1	Déformation théorique d'une couche de germanium en hétéroépitaxie sur un pseudo-substrat d'InGaAs à 15% d'indium. Cette image ne montre que les défauts localisés à l'interface.	41
2.3.1	(a) Image de tomographie conventionnelle basée sur l'acquisition d'une série d'images en champ clair (BF TEM) (b) images obtenues en MET en mode balayage avec un détecteur annulaire champ sombre à grand angle (HAADF STEM).	44

2.3.2	Cartographies de l'espace réciproque obtenues par diffraction des rayons X en haute résolution au voisinage des taches 004 (a) et 224 (b) d'un échantillon de 50 nm de Ge sur un pseudo-substrat à 15% d'indium visé (7.8% effectif)	46
2.3.3	Cartographies dans l'espace réciproque effectuées par le LPN suivant la direction (004) sur l'échantillon ayant une épaisseur de germanium de 250 nm épitaxiée sur un pseudo-substrat à 13% d'indium. Deux mesures pour deux directions azimutales sont représentées : 90° (a) et 180° (b). Les taches de diffraction correspondent de haut en bas au Ge, au GaAs et à l'InGaAs.	47
2.3.4	Spectres Raman montrant le décalage de la résonance Ge-Ge. L'épaisseur de Ge et la composition en indium du pseudo-substrat sont indiquées sur la figure.	50
2.4.1	Dispositif d'excitation optique et de collection de signal de photoluminescence. L'excitation et la collection se font par le même objectif. La lame séparatrice dichroïque est réfléchissante dans le vert et transparente dans l'infrarouge.	51
2.4.2	Photoluminescence à température ambiante pour les échantillons de 25 (a), 100 (b), 150 (c) and 200 nm (d) d'épaisseur de germanium en croissance sur différents pseudo-substrat d'InGaAs. Le pourcentage indiqué est le taux d'indium effectif. Les courbes sont normalisées et décalées pour favoriser la lisibilité. La résonance à 1330 nm est un signal de défauts provenant de la couche d'InGaAs.	52
2.4.3	Comparaison des longueurs d'onde de résonance des recombinaisons directes avec celles calculées dans un formalisme $\mathbf{k} \cdot \mathbf{p}$ 30 bandes. Les longueurs d'ondes correspondant aux calculs pour les trous lourds et les trous légers sont indiquées en traits pleins. Les points correspondent aux données extraites de la figure 2.4.2. Les données des échantillons ayant montré une nette relaxation ne sont pas représentées. La déformation biaxiale équivalente pour ces longueurs d'ondes de résonance, obtenue par la relation 1.2.10, est indiquée en deuxième axe à droite.	53
2.4.4	Mesures de photoluminescence sur les échantillons à 11.2% d'indium effectif pour des épaisseurs allant de 100 à 300 nm. Les courbes sont décalées pour augmenter la lisibilité, mais ne sont pas normalisées. L'épaisseur de Ge est indiquée sur la figure. La faible résonance à 1350 nm provient d'une luminescence de défauts de l'InGaAs.	55

2.4.5	Évolution de l'amplitude de photoluminescence en fonction de l'épaisseur pour une proportion d'indium de 11.2% dans le substrat. La ligne pleine est la représentation d'un modèle à paramètre ajustable différenciant les recombinaisons de volume et de surface . . .	57
2.5.1	Comparaison des contraintes biaxiales déduites par Raman (points), photoluminescence (carrés) et rayons X (triangles). L'axe horizontal montre le pourcentage d'indium et l'épaisseur de germanium. La barre d'erreur pour la mesure de rayons X à 13% et 250 nm montre les valeurs mesurées pour le deux directions du plan de la couche (0.39% et 0.21%, 0.3% en moyenne).	58
2.5.2	Amplitude de la déformation biaxiale déduite des mesures de photoluminescence en fonction de l'épaisseur de germanium et du pourcentage d'indium effectif. La hauteur des barres est proportionnelle à la déformation dans le plan du tableau 2.4. La partie grisée met en évidence les valeurs ayant engendré une forte relaxation. Les flèches sombres indiquent une forte diminution de l'amplitude de la luminescence.	60
2.5.3	(a) Profils du mode TE ₀ pour 500 nm et 150 nm de germanium. Les trois régions correspondent de gauche à droite à l'InGaAs, au germanium et à l'air. Si pour 500 nm de germanium le mode est bien confiné dans la couche, pour 150 nm le champ se localise essentiellement dans le pseudo-substrat. (b) Pourcentage du champ localisé dans la couche de germanium en fonction de l'épaisseur, déterminé par intégration des profils similaires à la figure (a) pour différentes épaisseurs.	61
3.1.1	Schéma de principe d'une chambre PECVD [6]	66
3.1.2	Contraintes accessibles par dépôt PECVD dans la salle blanche de l'IEF, en fonction des températures de dépôt et de recuit, pour les dépôt haute fréquence (a) et basse fréquence (b). Sans recuit, la contrainte est identique à celle à 150°C de température de recuit. Données <i>Sylvain David</i>	70
3.1.3	(a) Image au microscope optique de structures détériorées en Ge sur GaAs recouvertes de nitrure. Le fond visible en vert correspond à une zone de GaAs. Les traits diagonaux d'apparence rosée sont des guides de Ge sous gravés. Le plus large fait 9 μm . Les traits noirs correspondent aux pieds de GaAs des guides de Ge de petite taille ayant été éliminé à la gravure. (b) Image au microscope électronique à balayage d'un dépôt de nitrure LFSiN de 166 nm sur des guides ridges de 300 nm de Ge.	73
3.2.1	Simulations de déformation de substrats	75

3.2.2	(a) Déformations simulées du germanium en fonction du rapport des épaisseurs de nitrure et de germanium. (b) Taux de relaxation des contraintes et contraintes résiduelles du nitrure en fonction du rapport des épaisseurs de nitrure et de germanium.	77
3.2.3	(a) Profil de déformation dans l'épaisseur extrait d'une simulation de 1 μm de nitrure sur 1 μm de Ge. La ligne en pointillé marque la valeur moyenne. (b) Profil de déformation dans l'épaisseur obtenu par une simulation analogue, mais en prenant une épaisseur de germanium de 10 μm . Les lignes en pointillé marquent la valeur moyenne et la limite des 1 μm en surface.	78
3.3.1	(a) Mesure de photoluminescence sur substrat de germanium de 350 μm d'épaisseur. Le détecteur utilisé ne permet pas d'observer la photoluminescence en bande interdite indirecte. (b) Mesure de photoluminescence sur une couche de 500 nm de germanium épitaxiée sur GaAs.	81
3.3.2	Description des structures déformées par une couche de nitrure uniquement à la surface. De gauche à droite trois types de gravures du GaAs sont présentées : gravure plasma droite, gravure plasma incurvée et gravure chimique.	82
3.3.3	Description des structures déformées par une couche de nitrure déposée tout autour. A gauche la gravure plasma droite et à droite la gravure chimique.	83
3.3.4	Étapes de fabrication des différents types de guides réalisés à partir de substrats de germanium sur arséniure de gallium. Deux procédés de fabrication sont à distinguer, suivant l'étape à laquelle est déposé le nitrure.	85
3.3.5	Localisation de l'énergie électromagnétique du mode fondamental à 1600 nm pour différentes épaisseurs de germanium. La structure est une section de guide gravé droit. Elle est composée de haut en bas de nitrure, de germanium, de GaAs, sur un substrat de GaAs. Les pourcentages indiqués sont les proportions du champ total localisé dans le germanium.	86
3.3.6	Simulations COMSOL des profils de déformation comparés pour les différents types de gravures dans le cas où le nitrure est déposé en première étape de fabrication. Pour chaque gravure est présenté le schéma des structures, le maillage sous COMSOL et la somme des déformations horizontales et verticales. Les échelles sont différentes sur les trois graphiques.	88

3.3.7	(a) Structures en Ge sur GaAs modélisées, l'épaisseur de nitrure est de gauche à droite de 100, 350, 500 et 2000 nm. (b) Vue en coupe de la déformation dans le germanium. Sur les quatre structures, les paramètres des matériaux sont identiques, seule l'épaisseur est progressivement augmentée. Les quatre coupes présentées montrent suivant x une augmentation progressive de l'uniformité de la déformation.	89
3.3.8	Comparaison de l'efficacité des procédés par dépôt de nitrure préalable ou postérieur, dans la recherche d'une déformation maximale. Le graphique compare la somme des déformations dans les deux sections de Ge. Les deux sections de Ge ont pour dimensions $9 \mu\text{m}$ par 500 nm.	90
3.3.9	Images par microscope électronique à balayage d'un guide de germanium sous-gravé chimiquement et recouvert de nitrure. Les clivages des structures donnent accès aux images (b), (c) et (d) où l'on observe les épaisseurs de nitrure déposées.	92
3.3.10	(a) Indice de réfraction du germanium et nitrure de silicium déposé par PECVD. (b) Évolution de la réflectivité d'un empilement air/nitrure/germanium en fonction de l'épaisseur de nitrure pour deux longueurs d'onde de pompage. (c) Réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour deux épaisseurs anti-réfléchissantes pour un pompage à 532 nm. (d) Réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour deux épaisseurs anti-réfléchissantes pour un pompage à 1053 nm.	95
3.3.11	Étude sur un échantillon de l'influence de l'épaisseur déposée, de l'étape à laquelle est faite le dépôt et du caractère élastique de la contrainte. De haut en bas les étapes techno après fabrication sont : dépôt 250 nm, dépôt 500 nm, passage au HF, dépôt 250 nm et dépôt 500 nm.	97
3.3.12	Influence d'un dépôt contraint en tension sur des plots. On compare sur cette figure les maxima de photoluminescence sur substrat pleine plaque, sur plot de Ge sur GaAs non sous-gravé recouvert de HfSiN à 150°C, et sur ce même échantillon après recuit à 350°C.	100
3.3.13	(a) Schéma de la section de la structure, et du transfert de contrainte engendrant la déformation de la couche de germanium. Les flèches noires suivent la direction de la déformation, notée x par la suite. (b) Image au microscope électronique à balayage de la structure ainsi fabriquée. L'épaisseur de nitrure est de 600 nm. L'épaisseur de germanium est de 500 nm.	101

3.3.14 (a) Profil de déformation obtenu par des mesures de micro-Raman au LPICM en supposant une déformation purement uniaxiale. (b) Profil de déformation obtenu en simulation par éléments finis à proximité de la surface. La valeur déduite pour ε_{xx} au centre du guide des mesure Raman est 0.62%	101
3.3.15 Spectre de photoluminescence comparé à notre modélisation, pour différentes largeurs de structures. Les spectres présentés en (a) (resp. (b)) correspondent à un échantillon ayant reçu un dépôt contraint à 3 GPa (resp. 4.5 GPa). Les traits lisses correspondent à la modélisation.	102
3.3.16 Photoluminescence à température ambiante pour des échantillons de largeurs et d'orientation différentes. La ligne en trait plein correspond à l'orientation (100) et le trait pointillé à l'orientation $\langle 110 \rangle$. Les courbes sont verticalement décalées pour la lisibilité.	104
3.3.17 Comparaison entre les valeurs calculées (trait plein) et expérimentales (carrés), pour le quotient $\langle 100 \rangle / \langle 110 \rangle$ des luminescences pour ces deux orientations.	105
3.4.1 (a) Vision schématique de la propagation d'un rayon permettant l'existence du mode de galerie par réflexion interne totale. (b) Simulation FDTD d'un mode de galerie dans un microdisque. Les photons sont confinés à la périphérie du microdisque. Extrait de [7].	106
3.4.2 Microdisques de germanium relaxé sur GaAs, avant le dépôt de nitrure de silicium appliquant la déformation.	108
3.4.3 Image obtenue par microscope électronique à balayage de la facette clivée d'un guide de germanium sur un pied de GaAs réalisé par gravure à l'acide citrique. L'affinement progressif du centre vers la périphérie est dû à la sélectivité insuffisante entre le germanium et la GaAs par cette recette de gravure.	109
3.4.4 Microdisques obtenus par gravure $\text{H}_3\text{PO}_4 : \text{HNO}_3$ à 50 pour 1. L'isotropie de la gravure du GaAs, comme la sélectivité avec le germanium sont meilleures que par la recette d'acide citrique.	110
3.4.5 Microdisques de germanium sur GaAs de 7 et 9 μm de diamètre, gravés à l'acide citrique, après le dépôt de nitrure de silicium contraint.	112
3.4.6 (a) Maillage d'un microdisque de germanium sur GaAs recouvert de nitrure dont on simule la déformation. La géométrie est inspirée des observations MEB. (b) Valeur des paramètres utilisés pour les simulations.	112

3.4.7	(a) Simulation axisymétrique de la déformation d'un microdisque. (b) Déformation radiale et (c) tangentielle du germanium structuré en microdisque. Si la déformation radiale maximale est du même ordre que pour les ridges, la déformation tangentielle, dont l'équivalent sur les ridges est la déformation dans la longueur, est ici de 0.35% au maximum. Sur les ridges, la déformation dans la longueur est nulle.	114
3.4.8	(a) Image MEB d'un microdisque de 7 μm de diamètre et de 250 nm d'épaisseur après un dépôt de nitrure de 260 nm. La courbure du microdisque correspond à une section de sphère. Les ellipses sont des guides pour l'œil, indiquant les contours du microdisque et de la sphère intersectée. Les deux arcs en pointillé rouge correspondent à des cercles de rayons 10.5 et 14.5 μm . Celle en trait plein entre les deux, qui correspond la mieux au profil à l'image, fait 12.5 μm de rayon. (b) résultat d'une simulation axisymétrique de la déformation. L'identification entre image et simulation des rayons de courbures ou des déplacements verticaux aux extrémités permet de remonter aux paramètres du nitrure.	115
3.4.9	Déplacement vertical de l'extrémité du microdisque déterminés par simulation en fonction de la contrainte interne au nitrure de silicium PECVD, pour trois valeurs différentes de son module d'Young. La ligne en pointillé horizontale marque le déplacement observé sur les images MEB. La ligne en pointillé verticale est à 4.5 GPa, la valeur de la contrainte hydrostatique équivalente déduite des mesures sur les guides ridges de la section 3.3.7.	116
3.4.10	Spectres de photoluminescence de microdisques de 5 (a) et 7 μm (b) de diamètre	118
3.4.11	Deux types de modes peuvent s'établir dans les microdisques : des modes de galerie (a) ou des modes Fabry-Pérot (b).	119
3.4.12	Spectre de photoluminescence d'un microdisque de 7 μm de diamètre recouvert de nitrure.	120
3.4.13	Transmission de la structure Ge/nitrure/air en fonction de la longueur d'onde pour les épaisseurs de nitrure 225, 250 et 275 nm. La zone grisée marque la plage d'émission du microdisque d'après la figure 3.4.12.	122

3.4.14 (a) Diagramme de bande calculé par $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$, prenant en compte un gradient de déformation dans l'épaisseur du germanium. Le gradient fait ici 0.4%. (b) Distribution des trous calculée sous Silvaco à partir de ce diagramme de bande. Les niveaux de dopage et d'injection indiqués sur la figure sont pris en compte pour calculer cette distribution de photoporteurs.	123
3.4.15 Recouvrement du mode avec la zone de gain. (a) Simulation 1D du champ électrique dans la zone de gain. (b) Simulation 2D de la densité de champ pour une émission autour de $1.7 \mu\text{m}$ dans une structure ridge de section analogue aux microdisques. Le recouvrement du champ avec la zone de gain est inférieur à 5%.	124
4.1.1 Image par microscope électronique à balayage d'une rangée de fils photoniques. La couche sombre correspond au nitrure. Dessous apparaît le germanium puis le GaAs dont la gravure est courbe. On observe une rugosité de l'ordre de 50 nm sur les flancs du germanium. La sous-gravure du GaAs est accentuée au niveau de l'interface.	130
4.1.2 (a) Champ de déformation ε_{xx} calculé dans la direction perpendiculaire à la direction du fil. Le dessus du fil de Ge est en tension (0.6%). Le germanium en profondeur, à proximité de l'interface avec le GaAs, est en compression. La barre de couleur indique l'amplitude de la déformation. (b) Profil à deux dimensions du mode polarisé TM.	131
4.2.1 (a) Schéma du dispositif. (b) Luminescence à température ambiante d'un fil photonique observé par une caméra InGaAs. La longueur totale est de $50 \mu\text{m}$. Une augmentation de l'émission diffusée est observée aux facettes. (b) Spectres d'émission d'un fil photonique avec et sans couche de nitrure.	133
4.3.1 Dispositifs ajoutés pour les mesures VSL. (a) Dispositif d'occultation partielle du faisceau étendu. (b) Dispositif de filtrage spatial du signal collecté. Le disque opaque troué est placé au point focal des deux lentilles. La superposition du trou et de l'image de la facette permet de ne laisser passer que le signal en provenance de celle-ci. Le faisceau comme l'image du fil sont représentés en fausses couleurs. Dans les faits, signal et image sont dans l'infrarouge. . .	135

4.3.2 (a) Spectres d'émission d'un fil photonique collectés depuis une des facettes en fonction de la longueur de pompage et mesurés à l'aide d'un dispositif confocal. La zone grisée met en valeur la gamme de longueur d'onde en limite de coupure de notre détecteur, où le signal est bruité. (b) Dépendance de l'amplitude d'émission à 1684 nm après soustraction du fond d'émission, en fonction de la longueur de pompage. La ligne pleine est la représentation de l'équation 4.3.1 où le paramètre g a été ajusté par la méthode des moindres carrés. La ligne en pointillé montre une évolution linéaire comme point de comparaison. (c) Dépendance spectrale du gain optique déterminé pour chaque longueur d'onde par régression comme à la figure (b). Un gain positif n'est observé que sur une fine plage de longueur d'onde. 137

4.4.1 Luminescence à température ambiante d'un fil photonique unique en fonction de la longueur de pompage. La lumière est collectée depuis la totalité du guide. (b) Amplitude de l'émission à 1570 et 1695 nm en fonction de la longueur de pompage. Le trait plein rouge est une droite ajustée sur les mesures à 1570. Le comportement est linéaire. Le trait plein bleu est la représentation d'un ajustement de la formule paramétrable 4.4.1. La ligne en pointillé représente l'évolution linéaire comme point de comparaison. (c) Largeur à mi-hauteur de la résonance à 1690 nm en fonction de la puissance de pompe quand le fil est intégralement illuminé. Le trait plein est un guide pour l'œil. (d) Dépendance de la largeur à mi-hauteur de la résonance en fonction de la longueur pompée pour une puissance de pompe fixée. La ligne en trait plein est un guide pour les yeux. 139

4.5.1 Calcul du gain optique dans la structure, en estimant la densité de porteurs à $1 - 2 \times 10^{-19} \text{ cm}^{-3}$, le recouvrement entre le mode et la partie en tension à 40% et l'absorption par porteurs libres à 100 cm^{-1} 141

Introduction

Le choix du support de l'information, entre l'électron et le photon, est dicté par la longueur du transport et la complexité du traitement à appliquer. Sujette à moins de pertes, plus rapide que l'électricité, multiplexée en longueur d'onde, la lumière en tant que vecteur de l'information donne accès à des débits inenvisageables en électronique. En revanche, nombre de fonctions d'un processeur ne peuvent pas être réalisées en optique. Pour que la photonique contribue à l'échange d'information à petite échelle, sur puce ou entre puces, il faut donc pouvoir passer de la photonique à l'électronique au sein d'un même composant. La difficulté de cette opération se situe dans l'incompatibilité entre le matériau standard de la micro-électronique, le silicium, et ceux de l'émission lumineuse, les semi-conducteurs III-V. La photonique silicium n'en est donc qu'à ces débuts tant le couplage entre fonctions passives et actives est délicat.

Le germanium, au même titre que le silicium, est a priori un émetteur de lumière inefficace, inadapté pour l'émission laser. Cependant, la combinaison de la déformation et du dopage de ce matériau pourrait avantageusement modifier son rendement d'émission. En tant que composant de la colonne IV, le germanium a par ailleurs une grande compatibilité avec le silicium, et s'intègre bien dans un processus industriel CMOS.

Ce travail de thèse, dont l'objectif est la recherche d'un effet laser dans le germanium, présente une étude de différentes approches pour maximiser la déformation en tension et obtenir un dopage élevé, conditions indispensables pour obtenir du gain.

Organisation de la thèse

Dans le premier chapitre de ce manuscrit, nous introduirons le contexte théorique permettant d'obtenir un effet laser dans le germanium. Nous présenterons l'intérêt du choix du germanium en tant qu'émetteur laser sur silicium, puis les difficultés qu'il faut adresser pour obtenir une telle émission. Nous montrerons comment la déformation et le dopage n du germanium peuvent permettre d'obtenir

un renforcement de l'émission et une inversion de population.

Le deuxième chapitre est consacré à nos travaux sur le germanium déformé en tension par croissance sur pseudo-substrat de III-V. Nous présenterons le principe de la déformation du germanium par épitaxie et les caractéristiques de la croissance effectuée au Laboratoire de Photonique et de Nanostructures (LPN). Nous présenterons et comparerons les différentes méthodes d'évaluation de la déformation dans la couche de germanium. Nous concluons sur l'origine des divergences entre ces mesures et sur les possibilités offertes par la croissance sur substrats III-V.

Le troisième chapitre aborde l'intérêt du dépôt par plasma de couches contraintes de nitrure pour appliquer la déformation. Nous y étudierons tout d'abord le principe du transfert de contrainte et les paramètres du dépôt. Nous présenterons ensuite les simulations par éléments finis ayant permis l'optimisation de la géométrie, avant d'aborder les deux types de cavités étudiées, les guides ridges et les microdisques. À l'aide de mesures de photoluminescence, nous montrerons l'importance de l'orientation des guides pour maximiser la population en centre de zone et présenterons les meilleurs résultats obtenus en termes de déformation.

Le quatrième chapitre s'intéresse aux structures ayant montré une émission guidée amplifiée. Nous y décrivons la structure de ces fils photoniques contraints par nitrure et la méthode dite des longueurs variables d'éclairement ayant permis la démonstration du gain. Nous concluons sur l'évaluation expérimentale du gain et présenterons les perspectives de ces travaux dans la recherche du laser germanium.

Chapitre 1

Comment obtenir un laser germanium

Depuis 1988 et la mise en service du TAT8, premier câble sous-marin à fibre optique, le trafic mondial d'internet est passé de 1 à 27 pétabit par mois. Selon l'ONU, le nombre total d'internautes début 2012 atteignait 2.3 milliards. Un tel volume de communication serait parfaitement impossible sans la très faible atténuation du signal (0.1 dB/km) et la très large bande passante (>25 THz) offertes par la fibre optique.

Si l'utilisation pour les communications longues distances est bien établie, les applications de la fibre optique en communications de proximité peinent à se développer. Les avantages sont pourtant évidents : latence plus faible, pertes plus faibles, insensibilité aux parasites et bien sûr débit plus élevé. En ADSL 2+, le débit standard est de 20 Mbits.s⁻¹. Sur fibre optique il est de 2 Gbits.s⁻¹. Ce rapport de 100 entre les deux technologies n'est en aucun cas une limite haute et des transmissions records à 25.6 Tbits.s⁻¹ sur une seule fibre optique par un multiplexage à 160 longueurs d'ondes ont été publiées par Alcatel-Lucent. Cependant, l'augmentation du débit n'est pas la seule problématique des utilisateurs, le coût du matériel nécessaire au « tout optique » restant élevé.

La modulation du signal électrique sur ligne de cuivre s'obtient à partir de composants silicium extrêmement bon marché et produits en gros volume. La génération lumineuse nécessaire aux communications optiques s'appuie sur des technologies différentes. Actuellement les procédés FTTH (de l'anglais *fiber to the home*) utilisent comme source des diodes électro-luminescentes (LED) ou des diodes laser à cavité verticale émettant par la surface (VCSEL) à base de matériaux III-V, essentiellement GaAs et AlAs.

L'exploitation extrêmement polluante des III-V, la dépendance vis à vis d'un faible nombre de pays producteurs, les coûts de production élevés et la complexité

de l'interconnexion à des circuits électroniques standards rendent intéressante l'ouverture d'une autre stratégie pour la génération du signal pour transmission fibrée.

En dehors des communications optiques, de nombreuses applications potentielles apparaissent ces dernières années pour la photonique dans le domaine des analyses chimiques, biochimiques et médicales, où l'utilisation de matériaux III-V introduit des problématiques de bio-compatibilité. Le silicium présente vis à vis de tous ces problèmes une solution idéale : il est abondant, non polluant, bio-compatible, peu onéreux et est le matériau de base de toute l'industrie électronique.

L'intégration de la photonique sur silicium permet également à plus long terme d'envisager l'interconnexion optique des composants d'un même système. Les avantages sont les mêmes que pour les applications télécom : moins de pertes et un multiplexage en fréquence. Mais là où l'objectif était un gain de coût et de débit, l'intérêt principal du multiplexage est ici un gain de place, une des difficultés importante des circuits modernes étant la complexité du routage des multiples interconnexions entre systèmes.

Pour mettre en place un circuit photonique, trois éléments sont nécessaires : l'émetteur (laser de préférence), le modulateur et le détecteur. Toutefois, bien que la détection et la modulation sur silicium soient accessibles à ce jour, l'émission lumineuse à base de silicium rencontre des difficultés importantes du fait de la structure de bande du matériau.

1.1 De la difficulté d'obtenir un laser sur silicium

Pour comprendre le défi que représente l'émission lumineuse dans ce matériau, nous devons partir de la structure de bande du silicium. Nombre de propriétés macroscopiques des cristaux peuvent être déduites de la connaissance de cette relation entre l'énergie des électrons dans le cristal et leur vecteur d'onde. Celle-ci est présentée pour le silicium à la figure 1.1.1. Ces courbes représentent les seuls états accessibles aux électrons du cristal. L'émission lumineuse se produit en bande interdite directe lorsqu'un électron de conduction en Γ vient se recombiner avec un trou en bande valence, correspondant aux transitions E_{Γ_1} et E_{Γ_2} sur le schéma. L'énergie de la transition sera compensée par l'émission d'un photon d'énergie identique. Cependant la transition notée E_g au minimum de la vallée X, au point Δ , est à beaucoup plus basse énergie. Ceci influe sur les probabilités des transitions E_{Γ_1} et E_{Γ_2} . Quatre mécanismes représentés à la figure 1.1.2 jouent un rôle sur la probabilité des différentes transitions : la recombinaison radiative directe, la thermalisation, la recombinaison radiative indirecte et la recombinaison non radiative.

L'effet que nous cherchons à maximiser, la recombinaison radiative (a), a un temps de relaxation de l'ordre de la nanoseconde. Il est largement dominé par

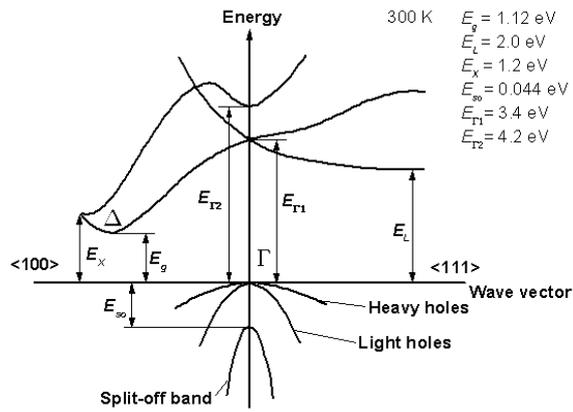


FIGURE 1.1.1: Structure de bande du silicium à température ambiante[1].

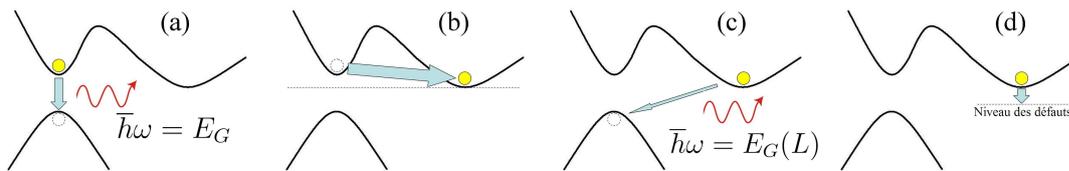


FIGURE 1.1.2: Processus concurrents diminuant l'efficacité de l'émission dans un matériau à bande interdite indirecte. (a) : recombinaison radiative directe. (b) : thermalisation. (c) : recombinaison radiative indirecte. (d) : recombinaison non-radiative.

la thermalisation (b), processus par lequel les porteurs (trous pour la bande de valence, électrons pour la bande de conduction) retrouvent leur équilibre en retournant à leur minimum énergétique par le biais d'une émission de phonons. C'est un processus extrêmement rapide, de constante de temps sub-picoseconde, qui entraîne les porteurs vers le minimum énergétique dans la vallée indirecte. La très grande majorité des électrons de conduction sont donc dans la vallée indirecte.

Les recombinaisons radiatives sont également possibles depuis la vallée indirecte (c). Toutefois, la transition en jeu n'est plus verticale dans l'espace des k . L'émission du photon doit être suivie de celle d'un phonon de vecteur d'onde correspondant à l'écart $\Gamma - \Delta$ entre les deux vallées. L'intervention d'une troisième particule rend l'évènement statistiquement plus improbable et le temps de relaxation est ici de l'ordre de la milliseconde. En l'absence d'autres mécanismes, les électrons resteraient un temps considérable (pour une particule) dans la vallée indirecte, où ils se recombineraient radiativement.

Il faut finalement prendre en compte les imperfections du cristal. Tous contiennent une certaine quantité de lacunes, d'états de surfaces ou d'impuretés. Ces défauts introduisent un mécanisme non radiatif de recombinaison s'opposant au maintien durable de la population dans la vallée indirecte (d). En effet l'énergie associée à ces recombinaisons est plus faible. Les temps associés à ces processus varient avec la densité de défauts et de porteurs, mais sont généralement très inférieurs au temps de relaxation pour une recombinaison radiative indirecte.

Ainsi du fait de la structure de bande, pour une population de porteurs injectée, une proportion très faible pourra se recombiner radiativement. Il est vrai qu'il est possible de contourner ce problème en limitant les mécanismes non-radiatifs. En utilisant un silicium de haute qualité, et en minimisant les recombinaisons de surface par des traitements spécifiques, le rendement quantique externe peut atteindre l'ordre du pourcent. Cela requiert cependant des structures épaisses et de grandes dimensions. Dans le cas général, le silicium reste donc un mauvais émetteur de lumière.

1.1.1 Cas du germanium

Le germanium est un semi-conducteur IV-IV au même titre que le silicium. Il possède des propriétés intéressantes du point de vue optoélectronique. Tout d'abord, le silicium et le germanium sont compatibles et l'utilisation de germanium dans un environnement de fabrication silicium est possible. Par ailleurs, l'émission spontanée du germanium se situe aux alentours de $1.55 \mu\text{m}$, au minimum d'absorption de la fibre optique. Toutefois, il présente lui aussi le désavantage d'être à bande interdite indirecte.

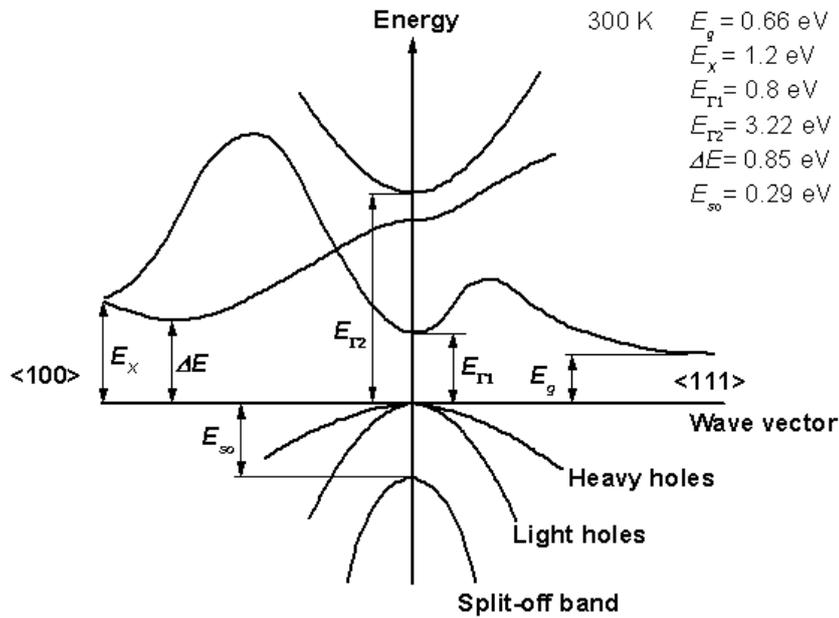


Figure 1.1.3: Structure de bande du Germanium à 300K[1].

La figure 1.1.3 représente la structure de bande du Germanium à 300K. La bande interdite directe dans le germanium à température ambiante est de 0.8 eV. La bande de valence est dégénérée en Γ , les bandes de trous lourds et trous légers s'y confondent. Comme pour le silicium, le minimum de la bande de conduction du germanium ne se situe pas au point Γ . Pour le germanium, il est au point L, correspondant au vecteur d'onde $k = \langle 111 \rangle$ dans l'espace réciproque. La bande de conduction y est dégénérée quatre fois en raison des huit demi-vallées L identiques dans la zone de Brillouin. La valeur de l'énergie de bande interdite y est de 0.66 eV, soit 140 meV seulement en dessous du minimum de la vallée Γ à comparer au 2.3 eV d'écart entre vallées directe et indirecte dans le silicium.

Ces électrons sont à l'équilibre à leur minimum énergétique en L et se répartissent en énergie le long des bandes en suivant une distribution de Fermi :

$$f(E) = \frac{1}{1 + e^{(E-E_F)/k_B T}} \quad (1.1.1)$$

où k_B est la constante de Boltzmann et E_F le niveau de Fermi. La densité totale

des porteurs en conduction est alors obtenue par l'intégrale

$$n = \int_{E_c}^{\infty} f(E) g(E) dE \quad (1.1.2)$$

où $g(E)$ est la densité d'états, obtenue dans l'approximation de la masse effective par

$$g(E) = \frac{1}{2\pi^2} \left(\frac{2m_c^{DOS}}{\hbar^2} \right)^{3/2} \sqrt{E - E_c} \quad (1.1.3)$$

où \hbar est la constante réduite de Planck et m_c^{DOS} la masse effective de densité d'états en bande de conduction. On peut alors étudier la proportion d'électrons en Γ , $n_{\Gamma}/(n_{\Gamma}+n_L)$, en distinguant les niveaux d'énergie E_c de conduction dans les deux vallées, et démontrer que cette quantité est de l'ordre de 10^{-4} dans le germanium à température ambiante. Malgré le très faible écart énergétique entre L et Γ , la très grande majorité des électrons trouveront donc ici encore leur équilibre dans la vallée indirecte. Sous l'effet de l'agitation thermique, une faible proportion de porteurs est toujours en Γ à température ambiante. À basse température cette proportion est fortement diminuée, bien qu'une population résiduelle soit observable à forte injection, sous l'effet d'un couplage par processus Auger[8]. Dans son état natif, le germanium est donc, comme le silicium, un mauvais émetteur de lumière.

1.1.2 Calcul $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$

La détermination théorique des structures de bandes des semi-conducteurs telles que celles du silicium et du germanium présentées précédemment est une des grandes forces de la physique du solide. Connaitre la structure de bande d'un matériau consiste à résoudre l'équation de Schrödinger dans une structure comprenant 10^{23} atomes par centimètres cubes. Le nombre faramineux d'interactions en jeu rend difficile la modélisation numérique avec les moyens informatiques actuels. Cette tâche n'a été rendue possible que par l'étude des propriétés de symétries et des simplifications apportées par la théorie des groupes, et par l'apparition de méthodes et d'approximations au cours du XXème siècle ayant permis d'alléger les calculs. Citons parmi elles le théorème de Bloch, l'approximation de Born-Oppenheimer, la méthode de Hartree Fock et les approches perturbatives à base de fonctions de Green.

La structure de bande des matériaux a été étudiée par deux type de méthodes : Tout d'abord les méthodes dites « ab initio » comme la méthode des pseudo-potentiels, pour lesquelles aucun paramètre ajustable n'est requis. Ensuite, les méthodes dites « à paramètres ajustables » correspondant aux méthodes des liaisons fortes, de combinaison linéaire d'orbitale atomique (LCAO, de l'anglais *linear combination of atomic orbitals*), et $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$.

Ces formalismes permettent par le calcul, analytique ou numérique, de déterminer les observables de la physique des solides à quelques pourcents près, là où une expérience adaptée les déterminerait précisément. À première vue rien d'impressionnant, tant que l'expérience est réalisable d'une part, et dans un temps et un budget raisonnable d'autre part. Ainsi, l'un des très grands avantages de l'utilisation de ces méthodes est leur caractère prédictif. Dans le cas de la méthode $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$, il a par exemple été possible depuis 1974 et la publication des travaux de Bir et Pikus[9] de prévoir l'effet de la déformation sur la structure de bande des matériaux. Dans le cas du germanium, une évolution de la structure de bande vers une bande interdite directe sous l'effet d'une déformation en tension est attendue. C'est précisément de cet effet que nous cherchons à tirer parti dans ce travail de thèse. Nous appuyant sur la compatibilité du germanium et du silicium, nous cherchons à modifier le germanium pour en faire un matériau à bande interdite directe, et ainsi obtenir un effet laser sur substrat silicium.

1.2 Modification de la structure de bande

1.2.1 Élasticité linéaire

Nous commencerons tout d'abord par introduire ici les quelques notions d'élasticité linéaire dont nous avons besoin avant d'aborder l'influence sur la structure de bande.

Dilatation et compression sous l'effet de forces surfaciques

Considérons un cube solide homogène et isotrope, de côté a représenté à la figure 1.2.1(a). L'application d'un différentiel de force surfacique σ en traction entre les deux faces opposées du cube engendre un allongement Δa dans la direction des forces (figure 1.2.1(b)). L'allongement observé est proportionnel à la contrainte exercée et est réversible. Inversement, l'application d'une force en compression diminue la longueur dans l'axe de la force et introduit une elongation dans les deux directions transverses. Entre σ , la contrainte appliquée et ε_{\parallel} , la déformation axiale obtenue, existe un coefficient de proportionnalité appelé module d'Young, vérifiant la relation

$$\sigma = E \times \frac{\Delta a}{a} = E \times \varepsilon_{\parallel}$$

où ε_{\parallel} est une grandeur sans unité. On observe également dans les deux directions perpendiculaires aux forces une contraction du cube, notée ε_{\perp} , proportionnelle à la déformation axiale suivant la relation

$$\varepsilon_{\perp} = -\nu\varepsilon_{\parallel}$$

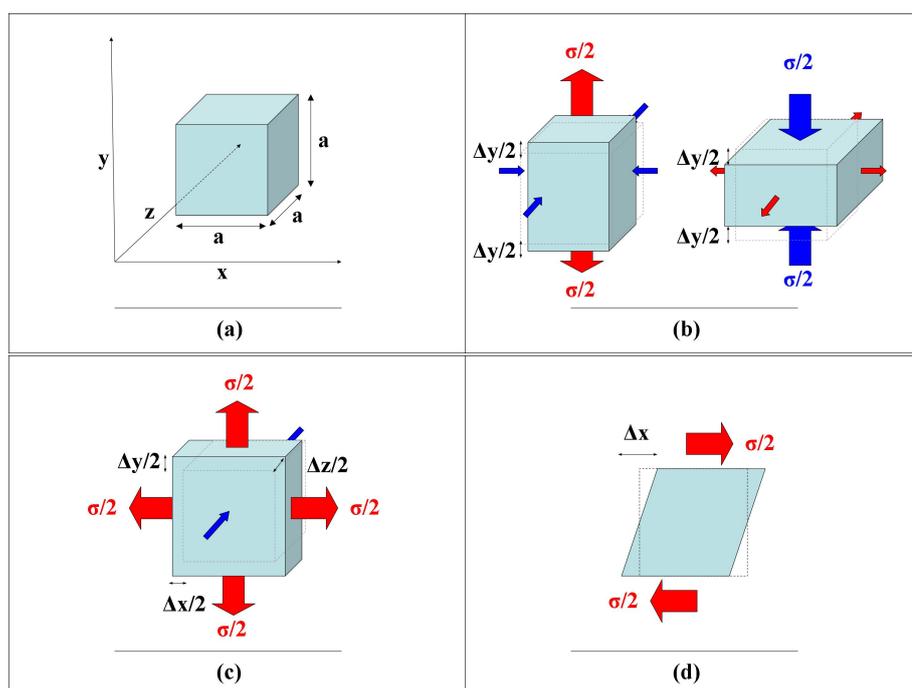


FIGURE 1.2.1: Effet d'une force surfacique sur un solide homogène isotrope. L'élongation est représentée en rouge, la compression en bleu. Les flèches larges suivent les axes des forces. Les flèches étroites représentent les effets transverses. (a) cube de côté a . (b) effet d'une contrainte axiale σ en tension et en compression sur le cube. (c) Effet d'une contrainte biaxiale. (d) Effet d'une contrainte de cisaillement sur le cube vu de face.

où ν est une grandeur sans unité appelée coefficient de Poisson, quantifiant la contraction perpendiculaire sous l'effet d'une élongation. Dans la suite de ce chapitre, nous nommerons déformations parallèles les déformations suivant un axe sur lequel une contrainte est exercée, et déformations orthogonales lorsqu'il n'y a pas de contrainte exercée sur l'axe.

Si nous considérons le cas où deux des trois axes du cube, x et y , subissent la contrainte σ , (figure 1.2.1(c)) la linéarité de la réponse permet d'appliquer un principe de superposition, et la réponse globale du système sera la somme des réponses pour les sollicitations prises séparément. On obtient alors les déformations par les relations

$$\begin{aligned}\varepsilon_x &= \frac{\sigma_x}{E} - \nu \frac{\sigma_y}{E} \\ \varepsilon_y &= \frac{\sigma_y}{E} - \nu \frac{\sigma_x}{E} \\ \varepsilon_z &= -\nu \frac{\sigma_x}{E} - \nu \frac{\sigma_y}{E}\end{aligned}\tag{1.2.1}$$

On obtient deux déformations dans le plan des contraintes, égales si les contraintes

sont de même amplitude, et une déformation contraire dans la direction perpendiculaire au plan des contraintes.

La figure 1.2.1(d) présente un autre type de sollicitation possible, dite de cisaillement, où la force s'applique perpendiculairement à la face du cube. Ce type de contrainte introduit une déformation suivant la relation

$$\sigma_{xy} = 2G \times \epsilon_{xy} = G \times \left(\frac{\Delta x}{y} + \frac{\Delta y}{x} \right)$$

où G est le module de cisaillement, en Pascal. Là où le module d'Young quantifie l'allongement relatif, le module de cisaillement quantifie le glissement, c'est à dire la variation d'angle.

Description matricielle de la relation contrainte-déformation

Une contrainte quelconque se décrit par un tenseur de rang deux que l'on peut écrire en matrice sous la forme

$$\bar{\bar{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix}$$

et il en est de même pour la déformation. La relation entre ϵ et σ serait alors un tenseur de rang 4 à 9×9 composantes. Toutefois du fait des symétries, seules 21 composantes sont indépendantes dans le cas général. Dans le cas d'une symétrie cubique comme celle du germanium, on se ramène à seulement trois coefficients indépendants, et la transformation de Voigt des matrices σ et ϵ permet d'établir la relation

$$\begin{bmatrix} \epsilon_{xx} \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{zz} \\ \epsilon_{xz} \\ \epsilon_{yz} \\ \epsilon_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix} \quad (1.2.2)$$

La connaissance de ces trois coefficients S_{11} , S_{12} et S_{44} permet de décrire pour tout type de contrainte et sans approximation la déformation d'un monocristal de germanium. Dans le cas du solide isotrope, la relation matricielle se simplifie

encore sous la forme

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xy} \end{bmatrix} = \frac{1}{E} \begin{bmatrix} 1 & -\nu & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & 1 & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & -\nu & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 + \nu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 + \nu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 + \nu \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix} \quad (1.2.3)$$

C'est par exemple la relation utilisée dans le cas du nitrure de silicium étudié au chapitre 3.

Principaux cas

L'un des deux principaux cas que nous aborderons dans ce manuscrit est celui d'une contrainte de même amplitude suivant deux des trois axes sur le germanium. Dans ce cas la relation 1.2.2 se simplifie suivant

$$\begin{aligned} \varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = \varepsilon_{\parallel} &= (S_{11} + S_{12}) \times \sigma_{\parallel} \\ \varepsilon_{zz} = \varepsilon_{\perp} &= 2 \times S_{12} \times \sigma_{\parallel} \\ \varepsilon_{xz} = \varepsilon_{yz} = \varepsilon_{xy} &= 0 \end{aligned}$$

et les deux seules déformations restantes sont corrélées par l'expression

$$\varepsilon_{\perp} = \frac{2S_{12}}{S_{11} + S_{12}} \varepsilon_{\parallel} \quad (1.2.4)$$

Les deux déformations étant de sens opposés (sauf dans de rares matériaux, dits auxétiques), S_{12} est négatif.

Le second cas courant est celui représenté à la figure 1.2.2, où une contrainte uniaxiale σ est appliquée alors qu'une des directions de déformation est bloquée. Il n'y a pas de cisaillement introduit donc $\sigma_{xz} = \sigma_{yz} = \sigma_{zx} = 0$. L'absence de force suivant z impose $\sigma_{zz} = 0$ et l'absence de déformation suivant x, $\varepsilon_{xx} = 0$. La relation 1.2.2 se simplifie alors et l'on obtient

$$\begin{aligned} \varepsilon_{yy} &= (S_{12} - S_{12}^2/S_{11}) \times \sigma \\ \varepsilon_{zz} &= (S_{11} - S_{12}^2/S_{11}) \times \sigma \\ \varepsilon_{xz} = \varepsilon_{yz} = \varepsilon_{xy} = \varepsilon_{xx} &= 0 \end{aligned}$$

Les deux seules déformations non nulles restantes sont corrélées par l'expression

$$\varepsilon_{yy} = \frac{S_{12}}{S_{11} + S_{12}} \varepsilon_{zz}$$

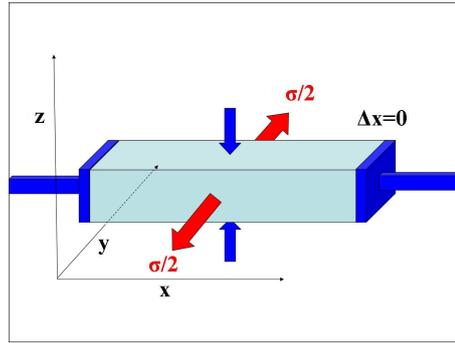


FIGURE 1.2.2: Effet d'un différentiel de contrainte σ en tension unidirectionnel suivant y . L'élongation est représentée en rouge, la compression en bleu. Les flèches larges suivent les axes des forces. Les flèches étroites représentent les effets transverses.

Un terme important à considérer sera la somme des déformations axiales dans les trois directions de l'espace, i.e. la trace du tenseur des déformations. Dans le cas d'une déformation biaxiale, on a

$$\sum \varepsilon = (2S_{11} + 4S_{12})\sigma = 2 \times \left(1 + \frac{S_{12}}{S_{11} + S_{12}}\right)\varepsilon_{\parallel} \quad (1.2.5)$$

Dans le cas de la déformation uniaxiale où l'une des directions de déformation est bloquée, on a

$$\sum \varepsilon = (S_{11} + S_{12} - 2\frac{S_{12}^2}{S_{11}})\sigma = \left(1 + \frac{S_{12}}{S_{11} + S_{12}}\right)\varepsilon_{\parallel} \quad (1.2.6)$$

On observe qu'à déformation égale, la somme des déformations est deux fois plus élevée dans le cas biaxial que dans le cas uniaxial.

1.2.2 Influence de la déformation sur la structure de bande

Le germanium est un solide cristallin et en tant que tel est constitué de la répétition périodique dans les trois directions de l'espace de sa maille primitive. La déformation d'un cristal se traduit au niveau atomique par une modification de son paramètre de maille.

Lors de la résolution de l'équation de Schrödinger pour les électrons d'un cristal, le théorème de Bloch nous dit que leur fonction d'onde dépend du potentiel périodique généré par les atomes, et donc du paramètre de maille. On comprend donc intuitivement que la déformation d'un cristal va influencer sur sa structure de bande.

Un modèle $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$ trente bandes permettant une description précise de la structure de bande du germanium sur l'ensemble de la zone de Brillouin a été développé au sein de l'IEF[10]. Il permet de décrire la structure de bande sur un intervalle énergétique allant de 5 eV au dessus de la bande de valence à 6 eV en dessous. De plus, l'évolution des bandes en fonction de la déformation peut être déterminée par la connaissance des potentiels de déformation de l'Hamiltonien de Bir et Pikus[9, 11]. Ce modèle a alors permis d'étudier l'évolution sous déformation de la structure de bande du germanium[2].

Cas d'une déformation biaxiale dans le plan (001)

Pour illustrer nos propos sans rentrer dans la description de la théorie $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$, des formules permettent de retrouver l'évolution au minima des bandes dans le cas d'une déformation biaxiale dans le plan (001)[2]. Pour le minimum de la bande de conduction en Γ :

$$\Delta E_{c,\Gamma} = a_{c,\Gamma} \times (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) = a_{c,\Gamma} \times \sum \varepsilon \quad (1.2.7)$$

où $a_{c,\Gamma}$ est le potentiel de déformation de la bande de conduction en Γ . Pour le minimum de la bande de conduction en L :

$$\Delta E_{c,L} = (\Xi_d^L + \frac{1}{3}\Xi_u^L) \sum \varepsilon \quad (1.2.8)$$

où Ξ_d^L et Ξ_u^L sont des potentiels de déformation de la bande de conduction en L. Comme on peut le voir, la modification de la bande de conduction en L comme en Γ est directement proportionnelle à la somme des déformations axiales dans les trois directions de l'espace. Cependant, les coefficients qui quantifient cette évolution sont différents en L et en Γ , signifiant que l'écart énergétique entre L et Γ varie avec la somme des déformations.

Ces formules ne permettent de calculer l'évolution de la structure de bande en fonction de la contrainte qu'en un point spécifique, l'extremum de chaque bande mentionnée. Pour étudier l'évolution sur la structure de bande dans son ensemble, on utilise un code résolvant numériquement l'Hamiltonien $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$ à 30 bandes.

La figure 1.2.3(a) présente les structures de bandes ainsi calculées du germanium relaxé et sous l'effet d'une déformation dans le plan (001) à 3%. Sous l'effet de la déformation, le germanium devient un semi-conducteur à bande interdite directe. L'évolution progressive des énergies au minima des bandes en fonction de cette déformation biaxiale est représentée à la figure 1.2.3(b).

Le premier point à noter est l'évolution du minimum $E_c(L)$ de la bande de conduction en L, plus lent que celui en Γ , $E_c(\Gamma)$. La barrière de potentiel entre ces deux vallées, initialement de 140 meV à température ambiante, diminue avec l'application d'une contrainte biaxiale. En conséquence l'écart des énergies de bande

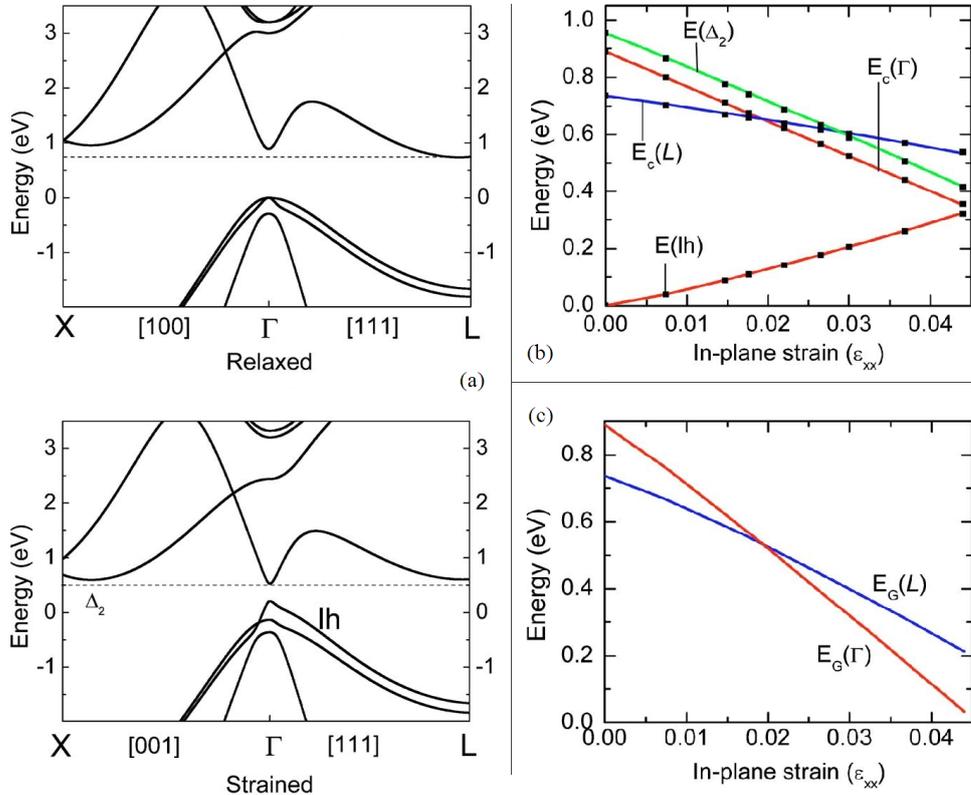


FIGURE 1.2.3: (a) Calculs à basse température des structures de bande du germanium relaxé en haut et sous une déformation biaxiale de 3% dans le plan (001) en bas. À 3% de déformation, le minimum de la bande de conduction se trouve en Γ , et le germanium est donc à bande interdite directe. (b) Évolution des minima des bandes en fonction de la déformation $\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = \epsilon_{\parallel}$. (c) Évolution de la bande interdite directe $E_G(\Gamma) = E_c(\Gamma) - E(lh)$ et indirecte $E_G(L) = E_c(L) - E(lh)$. Les courbes se croisent pour une déformation de 1.9%, indiquant une transition depuis une structure à bande interdite indirecte vers une structure à bande interdite directe. [2]

interdite diminue et peut être inversée, comme nous pouvons le voir à la figure 1.2.3(c), à partir de 1.9% de déformation[12, 13, 4].

Un deuxième point important est l'évolution de la bande de valence. À la figure 1.2.3 (a), on observe une levée de dégénérescence et l'élévation en énergie de la bande de trous légers par rapport à celle des trous lourds. Pour la bande de valence, les maxima sont donnés par les équations :

$$\Delta E_{lh} = \frac{1}{2}[(\Delta_0^2 - 2\Delta_0 b(\varepsilon_{\parallel} - \varepsilon_{\perp}) + 9b^2(\varepsilon_{\parallel} - \varepsilon_{\perp})^2)^{1/2} - \Delta_0 - b(\varepsilon_{\parallel} - \varepsilon_{\perp})] \quad (1.2.9)$$

où E_{hh} (resp. E_{lh}) est l'énergie de la bande de trous lourds (resp. légers), Δ_0 est le splitting spin-orbite, a_v est le potentiel de déformation de la bande de valence et b le potentiel de déformation tétragonal. Ici apparaissent des termes en $\varepsilon_{\parallel} - \varepsilon_{\perp}$, et la somme des déformations n'est donc pas le seul terme à influencer sur la structure de bande. Du fait de cette levée de dégénérescence, quatre types de recombinaisons radiatives sont finalement possibles : de la vallée L vers la bande de trous légers, de la vallée L vers la bande de trous lourds, de la vallée Γ vers la bande de trous légers et de la vallée Γ vers la bande de trous lourds :

$$\begin{aligned} E_g(\Gamma, lh) &\approx E_{g0}(\Gamma) - 15.7\varepsilon_{\parallel} \\ E_g(\Gamma, hh) &\approx E_{g0}(\Gamma) - 7.8\varepsilon_{\parallel} \\ E_g(L, hh) &\approx E_{g0}(L) \\ E_g(L, lh) &\approx E_{g0}(L) - 7.8\varepsilon_{\parallel} \end{aligned} \quad (1.2.10)$$

Cas d'une déformation uniaxiale

Dans le cas, précédemment évoqué, d'une déformation uniaxiale où l'une des deux autres directions de déformation est bloquée, le traitement numérique de la variation d'énergie de bande interdite montre une évolution deux fois moindre qu'en biaxial.

$$\begin{aligned} E_g(\Gamma, lh) &= E_{g0}(\Gamma) - 7.8\varepsilon_{\parallel} \\ E_g(\Gamma, hh) &= E_{g0}(\Gamma) - 3.9\varepsilon_{\parallel} \end{aligned} \quad (1.2.11)$$

Ce rapport deux a pour origine le rapport deux entre les équations 1.2.5 et 1.2.6 page 15, le terme par lequel la déformation influence étant la somme des composantes axiales. Il en est de même pour l'évolution de la bande interdite indirecte. On s'attend donc à un passage en bande interdite directe dans cette configuration de contrainte pour une déformation double, de 3.8%.

Pour finir, le germanium n'est pas le seul à voir sa structure de bande évoluer sous l'influence de la déformation. Le silicium est soumis au même effet. Toutefois, la différence de potentiel entre vallée directe et indirecte dans le silicium y est de

2.3 eV, plus de 15 fois supérieure. La déformation à appliquer pour obtenir une bande interdite directe γ est bien supérieure à la résistance du matériau.

Domination des trous lourds sur les spectres de photoluminescence

Dans le cas présenté de la déformation biaxiale, du fait de la levée de dégénérescence, la déformation rend les recombinaisons de trous légers énergétiquement plus faibles que celles de trous lourds. Toutefois, nous expliquons ici que pour de faibles déformations, la majorité des trous peut se situer sur la bande des trous lourds, la densité d'état γ étant plus élevée.

La figure 1.2.4(a) présente schématiquement l'effet d'une faible déformation sur la répartition de la population de trous. Le remplissage des états énergétiques par des porteurs est schématisé par la zone grisée pour favoriser la lisibilité du niveau de remplissage. Dans les faits, seules les énergies le long des bandes sont des états énergétiques accessibles pour les trous. Pour ε petit, une faible densité de porteurs

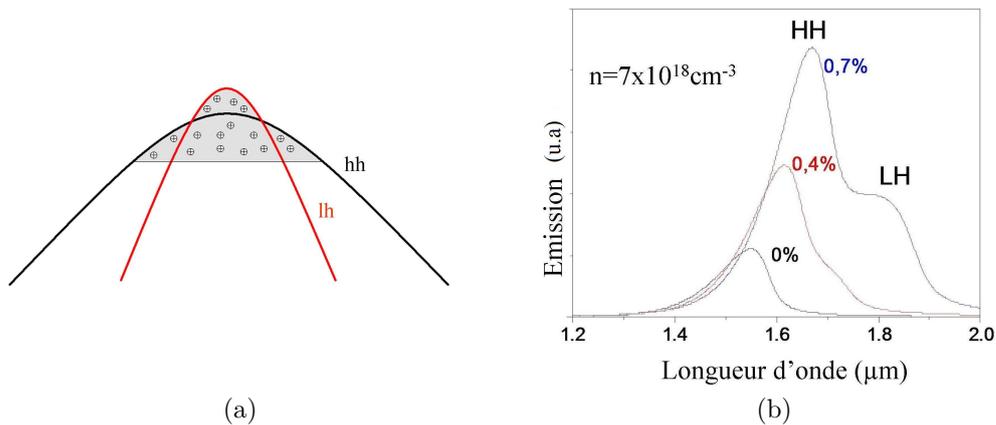


FIGURE 1.2.4: (a) Schéma de la répartition des trous entre bande de trous lourds et de trous légers pour une déformation faible. (b) évaluation de la luminescence du germanium pour différents niveaux de contraintes. La densité d'états dans la bande de trous légers n'est toujours pas suffisante à 0.7% de déformation pour que les recombinaisons avec cette bande dominent le spectre, malgré la plus faible énergie de la recombinaison.

est requise pour remplir la bande de trous légers jusqu'au niveau de la bande de trous lourds. Une fois ce niveau atteint, du fait de la densité d'états plus élevée dans la bande de trous lourds, les trous se situent majoritairement sur la bande de trous lourds. La figure 1.2.4(b) présente des spectres de photoluminescence calculés pour 3 déformations biaxiales différentes sur des couches minces de germanium

collectées par la surface. Bien que l'extrémum soit donné pour la bande trous légers, le calcul du spectre de recombinaison montre que la photoluminescence est dominée par les recombinaisons avec la bande de trous lourds tant que les déformations sont modérées. À partir de 0.7% de déformation biaxiale cependant, les recombinaisons de trous légers deviennent considérables et dominant à partir de 1% (non présenté).

Signalons également que, par des arguments plus complexes faisant intervenir les éléments de matrice dipolaires, on peut montrer que l'émission d'une couche mince excitée en incidence normale n'est pas isotrope. L'émission dans le plan est plus fortement pondérée en recombinaison de trous légers et l'émission normale au plan de la couche plus fortement pondérée en recombinaisons de trous lourds. Ce fait participe à la domination des trous lourds dans les spectres de la figure 1.2.4(b) et dans les spectres expérimentaux présentés dans la suite du manuscrit.

1.2.3 Blister test

Nous montrons ici un dispositif permettant de vérifier la variation de l'énergie de recombinaison en fonction de la déformation appliquée. Expérimentalement il s'agit d'appliquer au germanium une déformation mécanique variable et de simultanément en mesurer la photoluminescence. Nous avons utilisé pour cela un dispositif appelé le blister test, qui permet à partir d'une pression d'eau de déformer une couche mince sous la forme d'une cloque (en anglais *blister*)[14].

Dispositif

Celui-ci est décrit à la figure 1.2.5. Une membrane de germanium est collée sur une pièce métallique trouée en son centre. La membrane de germanium est obtenue par gravure humide à partir d'un substrat de germanium gravé par une solution HF-H₂O₂-H₂O dans les proportions 1 :1 :1. Une pression d'eau uniforme mesurée par un capteur peut être introduite sous la membrane à travers le trou par un piston ou une seringue[15, 16]. Un dispositif de micro-photoluminescence est focalisé au centre de la membrane. Nous souhaitons mesurer le déplacement vertical induit par la pression d'eau *in situ*. Or, un déplacement vertical de la membrane se traduit par un déplacement du point focal du dispositif de photoluminescence. On observe alors, en appliquant une pression, une défocalisation de la réflexion du laser de pompe. On peut corriger cette défocalisation par déplacement de l'objectif de pompe. Cela nécessite un déplacement, mesurable, identique à celui de la membrane. Refocaliser la réflexion du laser permet ainsi la mesure du déplacement de la membrane. Pendant que la pression est appliquée nous mesurons à température ambiante la photoluminescence de la membrane de germanium obtenue sous pompage continu par un laser argon. Cette mesure s'effectue à l'aide

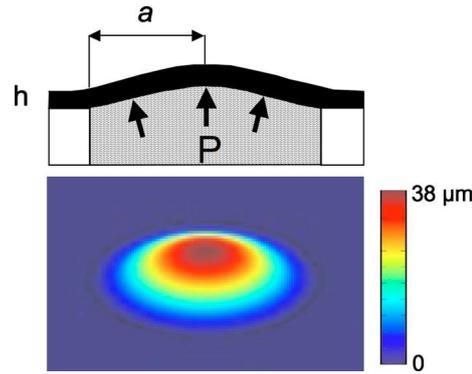


FIGURE 1.2.5: En haut : vue schématique du blister test. Le rayon a de la membrane et son épaisseur h sont indiqués. Le liquide est illustré par la zone grisée. En bas : amplitude calculée du déplacement de la membrane pour une épaisseur de $28\mu\text{m}$ sous une pression d'eau de 2.5MPa . L'échelle verticale varie de 0 à $38\mu\text{m}$. Le diamètre du blister est 1.45mm .

d'un détecteur germanium monocanal refroidi à l'azote. La figure 1.2.5 montre en bas la déformation calculée pour une pression de 2.5MPa . Les calculs sont effectués à l'aide d'un solveur à éléments finis. Le déplacement est maximal au centre de la membrane sous-pression. Connaissant l'épaisseur, le rayon et le centre, nous pouvons calculer la déformation imposée au matériau en fonction de la pression appliquée. Le calcul indique que la déformation est non-uniforme avec une tension biaxiale dans le plan au centre de la membrane et une compression uniaxiale aux extrémités collées.

Déplacement en fonction de la pression

À partir de ce dispositif, nous pouvons dans un premier temps établir la relation entre le déplacement vertical au centre de la membrane et la déformation. La figure 1.2.6 montre le déplacement vertical mesuré de la membrane en fonction de la pression appliquée. Le film a une épaisseur de $28\mu\text{m}$ mesurée au profilomètre mécanique. Le diamètre de la membrane est 1.45mm . La mesure du déplacement vertical sous pression est alors comparée à la courbe du déplacement en fonction de la pression déterminée par solveur à éléments finis. Les paramètres du germanium utilisé dans ces simulations sont un module d'Young E de 116GPa et un coefficient de Poisson $\nu = 0.26$. Pour des déformations faibles, la détermination du déplacement vertical de la membrane, y , peut également être obtenu analytiquement par l'expression

$$y = \frac{3(1 - \nu^2)Pa^4}{16Eh^3}$$

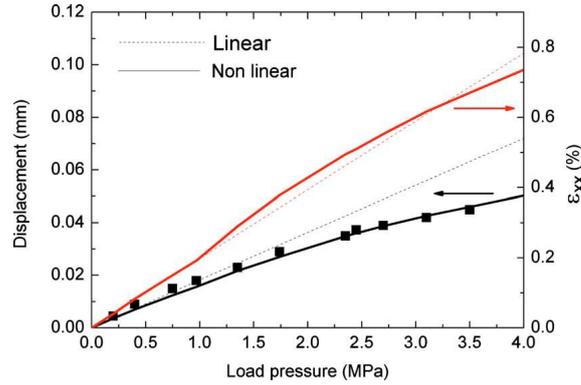


FIGURE 1.2.6: Déplacement vertical du centre de la membrane (échelle de gauche) en fonction de la pression appliquée. Les carrés correspondent aux points expérimentaux. Les lignes en pointillé correspondent à la modélisation en supposant une déformation purement élastique. Les lignes pleines correspondent à la modélisation prenant en compte les effets non-linéaires dus à la plasticité. L'échelle de droite correspond à la déformation biaxiale calculée par le solveur en fonction de la pression au centre de la membrane.

où a est le rayon de la partie libre de se déformer de la membrane, h l'épaisseur du film et P la pression appliquée. La déformation s'obtient par une formule analogue [17] :

$$\varepsilon_{\parallel} = \frac{3(1 - \nu^2)a^2 P}{8Eh^2}$$

et la relation entre les deux s'écrit

$$\varepsilon_{\parallel} = \frac{2hy}{a^2} \quad (1.2.12)$$

Ces formules indiquent que la déformation et le déplacement sont très sensibles au rayon et à l'épaisseur de la membrane. Les lignes en pointillé sur la figure 1.2.6 correspondent aux simulations dans le cas d'un modèle à comportement strictement élastique, alors que les traits pleins représentent le résultat de la simulation dans le cas d'un modèle non-linéaire. Pour de grandes déformations, la non-linéarité du déplacement en fonction de la pression exercée est en partie due à une meilleure prise en compte de la géométrie réelle en cloque par simulation que par une expression analytique linéaire. Le calcul suppose également un comportement élasto-plastique à ce stade de déformation. En effet, on se trouve alors à proximité du seuil de rupture et le comportement de la membrane n'est alors plus strictement élastique. Un accord satisfaisant est obtenu entre la simulation et la mesure de déplacement de la membrane en fonction de la pression lorsque le solveur est non-linéaire, nous

garantissant la validité du modèle. Nous pouvons alors extraire de ces mêmes simulations la déformation à la surface de la membrane. Le résultat de ce calcul est présenté à la figure 1.2.6 sur l'échelle de droite en fonction de la pression appliquée. Comme nous pouvons le voir, une déformation de 0.6% peut être atteinte pour une pression de 3.5MPa.

Photoluminescence en fonction de la pression

Nous nous intéressons alors au comportement sous excitation optique de ce film de germanium déformé par la pression. La figure 1.2.7 présente les spectres de photoluminescence pour différentes pressions exercées. On observe un décalage

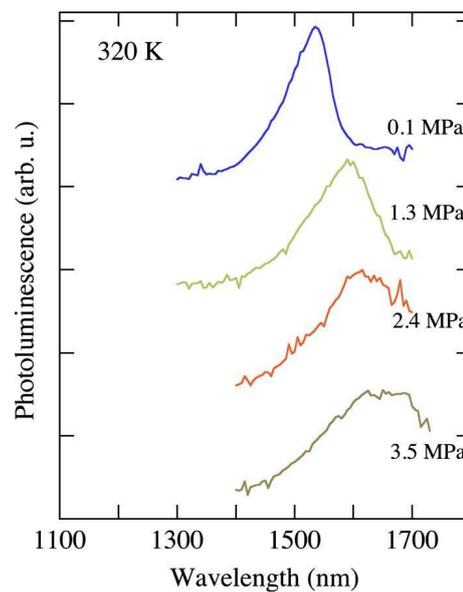


FIGURE 1.2.7: Spectres de photoluminescence de la membrane de germanium pour différentes pressions exercées, indiquées à droite sur la figure. Les courbes sont décalées pour la lisibilité de la figure. Le rapport signal sur bruit est plus faible à forte pression en raison de la coupure du détecteur.

significatif de la luminescence vers les plus grandes longueurs d'onde lorsque la pression augmente. Le décalage atteint la valeur de 60 meV (125 nm) pour une pression de 3.5 MPa. Comme nous l'avons vu au paragraphe 1.2.2 la déformation dans le plan a un effet double sur la structure de bande du germanium : diminution de la différence entre les minimum en Γ et L et levée de dégénérescence entre trous lourds et trous légers en bande de valence. On s'attend pour de faibles pressions à ce que les spectres observés à la figure 1.2.7 montrent essentiellement des recombinaisons radiatives avec la bande de trous lourds. Le décalage observé est alors à

interpréter en termes de variation en énergie de la bande de trous lourds et non de trous légers. Nous avons par ailleurs vérifié que le décalage de luminescence est non-uniforme comme attendu d'après la simulation de la figure 1.2.5 : le décalage en longueur d'onde diminue à mesure que l'on s'écarte du centre de la membrane. A proximité de l'attache, où le germanium est théoriquement en compression, le décalage change de sens, en accord avec la théorie.

Confrontation du modèle à l'expérience

Nous avons pour l'instant établi une relation entre le décalage de photoluminescence et la pression, et le solveur par éléments finis nous permet de relier la pression à la déformation obtenue. Nous pouvons maintenant établir une relation directe entre le décalage de photoluminescence et la déformation. La figure 1.2.8 montre la variation de la position du maximum de photoluminescence en fonction de la déformation dans le plan. Une dépendance quasi-linéaire est observée. Cette

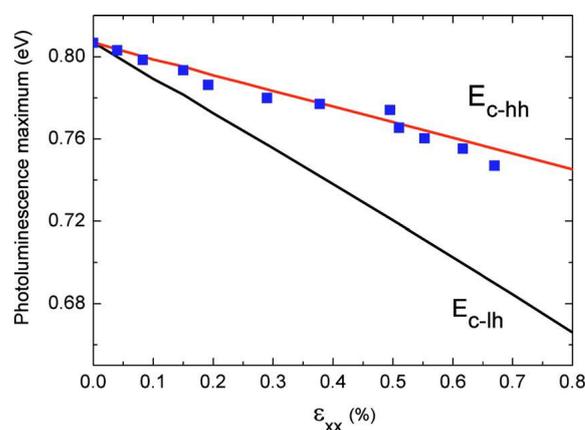


FIGURE 1.2.8: Variation de la position du maximum de photoluminescence en fonction de la déformation dans le plan (carrés). Le maximum est extrait des mesures présentées à la figure 1.2.7. La déformation correspondante en abscisse est déterminée par la relation 1.2.12 en se basant sur le déplacement vertical mesuré expérimentalement. Les lignes pleines présentent l'évolution selon la relation 1.2.10 du maximum de photoluminescence en fonction de la déformation.

variation est comparée à la formule 1.2.10 page 18 déterminant l'énergie des recombinaisons entre le point Γ et les bandes de trous lourds et trous légers en centre de zone. Cette variation de l'énergie de photoluminescence résulte de la variation de la structure de bande sous l'effet de la déformation. La température de l'échantillon déduite de la mesure de photoluminescence en l'absence de pression est de 320 K. Comme on peut l'observer à la figure 1.2.8, la pente est bien plus élevée pour les

trous légers. La correspondance entre les calculs et l'expérience est satisfaisante, indiquant que le décalage sous déformation est indubitablement attribuable aux recombinaisons avec la bande de trous lourds.

Nous avons donc confirmé l'influence de la déformation sur la bande interdite et la validité de la relation 1.2.10. D'autres dispositifs ont pu montrer cette évolution progressive par des méthodes différentes[18]. La domination des recombinaisons de trous lourds également attendue a bien été observée.

Bien que cette expérience semble montrer la pertinence de l'approche par membrane pour obtenir des déformations dans le germanium, un tel dispositif à pression d'eau présente des difficultés de stabilité dans le temps (rupture ou décollement des membranes) et l'application de cette méthode à du germanium structuré en cavité laser a révélé des difficultés importantes pour obtenir le même niveau de déformation. Nous avons donc préféré des approches plus standard en microélectronique pour appliquer la déformation dans les chapitres qui suivront, à base de dépôt et de croissance de couches déformées.

1.2.4 En présence de cisaillement.

La présence d'une déformation de type cisaillement présentée à la figure 1.2.1 (d) page 12 entraîne une levée de dégénérescence en L. L'équation 1.2.8 page 16 se divise alors en quatre équations pour chacune des vallées L de la zone de Brillouin [4].

$$\begin{aligned}
 \Delta E_{c,L}^{(111)} &= (\Xi_d^L + \frac{1}{3}\Xi_u^L) \times \sum \varepsilon_{ii} + \frac{2}{3}\Xi_u^L(\varepsilon_{xy} + \varepsilon_{yz} + \varepsilon_{zx}) \\
 \Delta E_{c,L}^{(\bar{1}\bar{1}\bar{1})} &= (\Xi_d^L + \frac{1}{3}\Xi_u^L) \times \sum \varepsilon_{ii} + \frac{2}{3}\Xi_u^L(-\varepsilon_{xy} + \varepsilon_{yz} + \varepsilon_{zx}) \\
 \Delta E_{c,L}^{(1\bar{1}\bar{1})} &= (\Xi_d^L + \frac{1}{3}\Xi_u^L) \times \sum \varepsilon_{ii} + \frac{2}{3}\Xi_u^L(\varepsilon_{xy} - \varepsilon_{yz} + \varepsilon_{zx}) \\
 \Delta E_{c,L}^{(\bar{1}\bar{1}1)} &= (\Xi_d^L + \frac{1}{3}\Xi_u^L) \times \sum \varepsilon_{ii} + \frac{2}{3}\Xi_u^L(\varepsilon_{xy} + \varepsilon_{yz} - \varepsilon_{zx})
 \end{aligned} \tag{1.2.13}$$

où $\sum \varepsilon_{ii}$ est la trace du tenseur de déformation, c'est à dire $\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}$. L'introduction d'un cisaillement, quel qu'il soit, engendre l'abaissement du minimum d'une de ces quatre vallées et donc l'augmentation de la différence énergétique entre le minimum de L et de Γ . Cela paraît donc comme un effet négatif. Cependant, si l'on cherche à atteindre l'inversion de population sans annuler la différence d'énergie entre en L et Γ , on peut argumenter en regard de l'équation 1.2.13 que l'introduction d'une seule composante de cisaillement fait descendre l'énergie d'une seule vallée L tout en remontant les 3 autres vallées. Pour atteindre la vallée Γ en injectant des porteurs, la barrière énergétique est plus élevée que sans cisaillement mais une seule des 4 vallées est à remplir. Il est donc possible que la densité de porteurs totale à introduire pour atteindre le bas de la vallée Γ diminue. Pour déterminer si la présence de cisaillement est finalement bénéfique, la prise en compte de la densité de porteurs à introduire dans les deux cas en fonction de la déformation est donc nécessaire. Le calcul sera détaillé à la section 1.4.1 page 30.

1.3 Influence du dopage

1.3.1 Introduction d'une population en L à l'équilibre.

Comme nous l'avons vu au paragraphe 1.2.2, obtenir un germanium à bande interdite directe nécessite une déformation de 1.9% en tension. Une autre stratégie pour obtenir une densité de porteurs élevée en Γ est de remplir les vallées L au préalable. La figure 1.3.1 présente schématiquement l'effet d'une densité de porteurs élevée sur la structure de bande du germanium relaxé. Le remplissage des

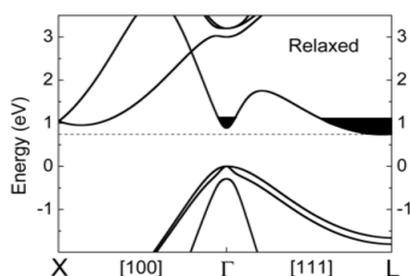


FIGURE 1.3.1: Structure de bande du germanium relaxé sous l'effet d'une forte densité de porteurs. La zone noire correspond à un peuplement important des vallées L et Γ .

états énergétiques par des porteurs est schématisé par la zone noircie pour favoriser la lisibilité du niveau de remplissage. Si l'on introduit des porteurs supplémentaires dans une telle situation, la proportion de ces porteurs en Γ dépend directement du ratio des densités d'états entre les vallées, augmentant le rendement d'injection jusqu'à l'ordre du pourcent, à comparer au rendement de 10^{-4} lorsque la vallée L n'est pas remplie au préalable. Deux méthodes permettent d'obtenir cet effet. Soit par fort pompage optique, soit par un haut niveau de dopage. Dans les deux cas, les densités de porteurs à obtenir pour remplir les vallées L jusqu'au niveau de la vallée Γ sont de l'ordre de 10^{20} cm^{-3} , un nombre difficile à atteindre expérimentalement et introduisant par ailleurs une absorption par porteurs libre importante, limitant le gain.

Toutefois, des densités de porteurs plus accessibles permettent d'observer une première évolution de la photoluminescence. Une étude précédent le début de cette thèse sur des échantillons à différents niveaux de dopage par laser en immersion gazeuse (procédé GILD, de l'anglais *Gas Immersion Laser Doping*) a été réalisée dans l'équipe[3].

La figure 1.3.2 présente le processus de dopage en question. Il peut être répété de manière cyclique pour augmenter la concentration de dopants, mais cette dernière sature dans notre dispositif aux alentours de 25 cycles. La variation de la

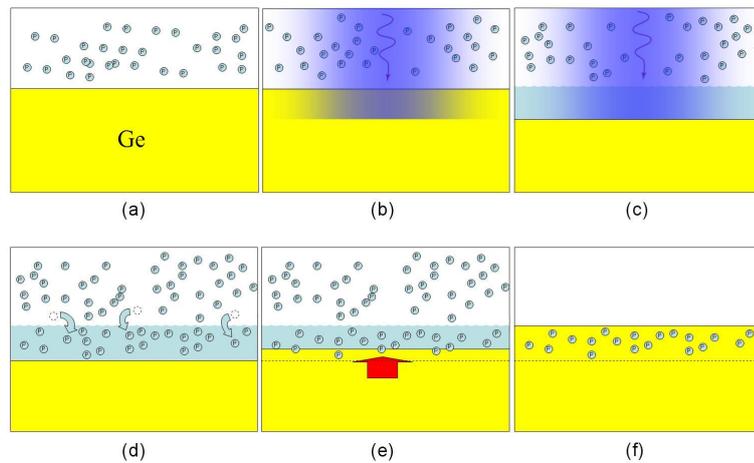


FIGURE 1.3.2: Processus de dopage GILD. Il s'effectue sous un vide poussé où est introduit un gaz précurseur, du PCl_3 (a). Un laser impulsionnel dont l'énergie et la durée d'impulsion sont calibrés liquéfie le germanium sur une couche variant de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres en fonction de la fluence du laser (b-c). Après le tir, le gaz présent diffuse dans le germanium liquéfié (d). Le phosphore est alors piégé dans les sites substitutionnels lors de la recristallisation (e-f).

réflectivité de la surface peut être observée *in situ* pour suivre le processus de liquéfaction/recristallisation. Notons que la surface balayée par le laser est limitée à quelques millimètres carrés.

La figure 1.3.3 présente les spectres théoriques et expérimentaux réalisés sur des échantillons dopés par GILD. Les porteurs libres introduits par le dopage vont

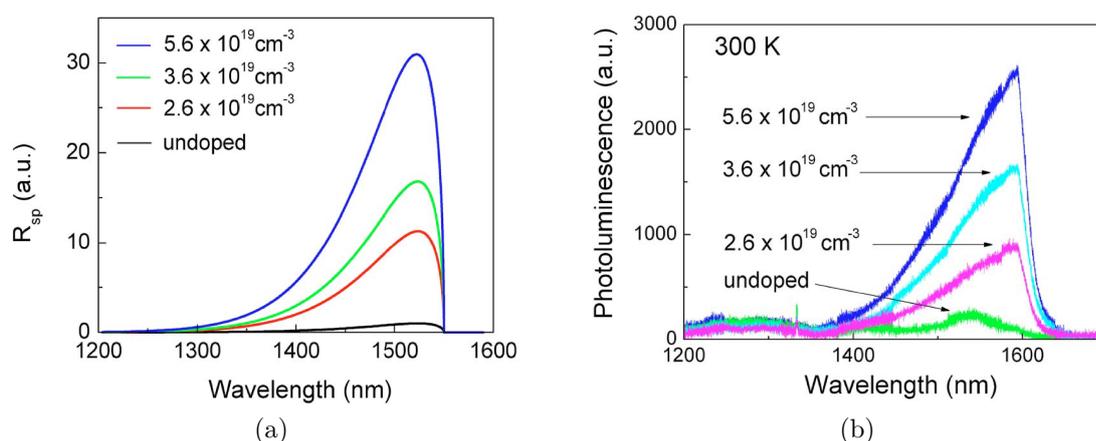


FIGURE 1.3.3: Spectres de photoluminescence du germanium calculés (a) et mesurés (b) pour différents niveaux de dopage. Le dopage expérimental est effectué par GILD. Une partie des spectres présentés en (b) est masquée par la coupure du détecteur InGaAs refroidi à l'azote utilisé pour ces mesures[3].

occuper les niveaux de plus basse énergie de la bande de conduction. Les porteurs photo-générés sous excitation laser ne pourront avoir qu'une énergie supérieure aux niveaux peuplés par le dopage. Ainsi la barrière de potentiel pour passer dans la vallée Γ vue par les électrons photo-induits en bande de conduction est plus faible qu'en l'absence de dopage. Il s'en suit une efficacité plus grande des mécanismes permettant la transition en Γ , notamment l'agitation thermique.

On observe une plus grande intensité de la photoluminescence, sous l'effet de la plus grande densité de porteurs en Γ . Pour une concentration de dopants de $5.6 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, l'amplitude de la photoluminescence est multipliée d'un facteur 20 par rapport à celle du germanium non dopé. D'autres équipes ont pu observer le même phénomène[19, 20] et monter la concentration de dopants aux alentours de 10^{20} cm^{-3} [21].

L'introduction de dopants se fait au détriment de la qualité de l'échantillon. Les défauts introduits seront alors une source de recombinaisons non radiatives et un trop fort dopage peut se révéler finalement nuisible à l'augmentation de la population en Γ . Les échantillons dont les spectres sont présentés à la figure 1.3.3 ont

nécessité une calibration lourde et les échecs par cette procédure sont nombreux. Une autre manière de doper le matériau consiste à introduire les dopants au cours de l'épitaixie. Cette méthode permet d'obtenir un dopage sur des couches plus épaisses et sur des surfaces importantes, mais au détriment du niveau de dopage atteint, de l'ordre de $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$.

L'introduction de dopants augmente par ailleurs considérablement l'absorption par porteurs libres. Bien que sans conséquence sur la luminescence, ce mécanisme de réabsorption nuit fortement au gain du matériau (cf. section 1.4.1 page 34). Obtenir un matériau équivalent à une bande interdite directe sous le seul effet du dopage est donc compromis. Pour atteindre notre objectif, on s'appuie donc sur une combinaison des deux approches : déformation et dopage.

1.3.2 Renormalisation de la bande interdite

La coupure du détecteur à 1590 nm masque sur la figure 1.3.3 une partie de la photoluminescence. Une mesure de l'échantillon à $5.6 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ par un détecteur monocanal a révélé un maximum situé à 1610 nm. Ce décalage important par rapport à la position à 1530 nm du germanium intrinsèque est attribué aux effets de renormalisation de la bande interdite sous l'effet des interactions coulombiennes entre porteurs libres. La renormalisation pour cet échantillon est de $\Delta E_g = 40 \text{ meV}$. Il peut alors paraître intéressant d'évaluer le dopage par l'effet de renormalisation. Dans la référence [22], Jain utilise l'expression

$$\Delta E_g = 8.67 \times (10^{-18} N_d)^{1/3} + 8.14 \times (10^{-18} N_d)^{1/4} + 4.31 \times (10^{-18} N_d)^{1/2}$$

Cependant les mesures à l'origine de cette formule ont été réalisées à 80 K. Bien que d'autres récents travaux sur des échantillons dopés au phosphore aient confirmé la corrélation entre renormalisation et concentration de dopants actifs[20], l'application de cette formule amène à des valeurs de renormalisation significativement plus élevées. D'autres mesures expérimentales amènent à conclure à une surévaluation[23].

Nous ne relierons donc pas les mesures de renormalisation à la valeur de dopage correspondante, et nous nous appuyons sur des mesures 4 pointes et effet Hall pour mesurer le dopage.

1.4 Gain dans le germanium

Le calcul du gain optique nécessite la connaissance de la structure de bande et de la densité de porteurs en fonction du pompage optique. Il faut également prendre

en compte les différentes pertes liées aux densités de porteurs dans la structure, afin de déterminer les quasi-niveaux de Fermi.

On peut alors prendre en compte la structure de bande et les éléments de matrices optiques, les probabilités de transition évoluant elles aussi fortement avec la déformation. Ces éléments sont déterminés à partir du code **k·p** réalisé par Moustafa El Kurdi.

L'émission calculée est dans les faits soumise à des pertes optiques, essentiellement l'absorption par porteurs libres, dont nous détaillerons l'évaluation avant de présenter le calcul du gain proprement dit.

1.4.1 Densité de porteurs

Pertes liées aux densités de porteurs.

Sous pompage optique continu, l'évaluation de la densité de porteurs se fait par la détermination du régime établi hors équilibre, que l'on trouve par la relation

$$\frac{dn}{dt} = \frac{\alpha I}{h\nu} - An - Bn^2 - Cn^3$$

où I est le flux lumineux en $\text{J.s}^{-1}.\text{cm}^{-2}$, α l'absorption du matériau en cm^{-1} , $h\nu$ est l'énergie des photons de pompe et A , B et C des constantes. Ces dernières quantifient les contributions des recombinaisons Shockley-Read-Hall, recombinaisons de défauts, recombinaisons radiatives, recombinaison Auger dans l'établissement de l'équilibre dynamique de la population. Cependant, nos travaux utilisent comme nous le verrons des couches minces de quelques centaines de nanomètres, par ailleurs très dopées. Deux phénomènes sont donc dominants : les recombinaisons Auger et les recombinaisons de surface. L'expression peut alors s'approximer sous la forme :

$$\frac{dn}{dt} = \frac{\alpha I}{h\nu} - \frac{n}{\tau}$$

où τ est le temps de recombinaison des porteurs que l'on détermine par :

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{auger}} + \frac{2S}{W}$$

S est ici la vitesse de recombinaison de surface et W l'épaisseur de l'échantillon. Le temps de recombinaison Auger est lui déterminé par la relation $\tau_{Auger} = 1/Cn_0^2$ où C est le coefficient de recombinaison Auger.

Le coefficient de recombinaison Auger est de l'ordre de $10^{-30} - 10^{-31} \text{ cm}^6\text{s}^{-1}$ dans le germanium[24, 1, 25]. Ceci nous amène avec un dopage autour de 10^{19} cm^{-3} à des temps de recombinaison entre 10 et 100 ns en prenant en compte le seul effet Auger. Sur des couches minces, les recombinaisons de surface peuvent devenir

le mécanisme de recombinaison principal. Pour le germanium faiblement dopé la vitesse de recombinaison de surface est de $100\text{-}200\text{ cm.s}^{-1}$ [26] menant à des temps de recombinaison en surface pour une couche mince de 200 nm de 100 ns également. Par ailleurs, des vitesses dix fois plus élevées, de l'ordre de 1000 cm.s^{-1} , peuvent se trouver dans la littérature. Un traitement de la surface est donc nécessaire pour assurer un nettoyage des impuretés métalliques et organiques, garantir la passivation des liaisons pendantes, et ainsi limiter les pertes.

Après nettoyage, le silicium développe en quelques minutes un oxyde natif permettant une protection efficace de la surface. Dans le cas du germanium, l'oxyde développé est soluble dans l'eau et n'offre pas de protection suffisante à la contamination. 30 s dans de l'eau désionisée suffisent à enlever l'essentiel de l'oxyde natif[27]. De plus l'interface Ge/GeO_2 est d'une qualité bien inférieure à celle entre Si et SiO_2 [28].

De nombreuses études ont été menées pour un nettoyage efficace et stable de la surface du germanium. Un nettoyage à l'acide fluorhydrique (HF) conduit à une couverture en surface par des liaisons hydrogènes. Un nettoyage à l'acide chlorhydrique (HCl) conduit à une terminaison monochlorure et dichlorure. Ces traitements chimiques augmentent la rugosité de la surface, indépendamment de la concentration[27]. La rugosité introduite est toutefois nettement plus faible dans le cas du HCl que dans le cas du HF. Même avec cette rugosité supérieure, le nettoyage HF donne des temps de vie meilleurs de 30% [29]. Pour Onsia *et al.*[30] le nettoyage au HF ou au HCl seul ne permet pas de retirer le monoxyde de germanium GeO de la surface. Un nettoyage au HBr, suivi d'un trempage dans une solution de HI avant rinçage est donc préconisé. Sont également mentionnées dans la littérature des diminutions supplémentaires des contaminations carbone et métalliques en ajoutant à la suite du nettoyage un recuit sous vide[27] ou un plasma hydrogène[31]. Ces approches pour améliorer les états de surface ont le désavantage d'être temporaires. La contamination de la surface par le carbone et les métaux se remet en place à l'air ambiant.

Une autre approche consiste alors à couvrir la surface du germanium, par exemple par quelques nanomètres de GaAs à la fin de l'épitaxie[32]. La très bonne qualité de l'interface Ge/GaAs , du fait de la proximité de leurs paramètres de mailles, permet de limiter considérablement les recombinaisons à l'interface tout en localisant la contamination par l'environnement sur le GaAs, loin des porteurs confinés dans le germanium.

Proportion de porteurs en Γ , cas d'une déformation biaxiale

En combinant dopage et déformation, les propriétés du germanium s'approchent de celles d'un matériau à bande interdite directe et les densités de porteurs nécessaires à l'inversion deviennent accessibles. La quantification de la répartition des

porteurs se fait à l'aide des équations 1.1.1, 1.1.2 et 1.1.3 page 10 pour les vallées L et Γ , et on obtient :

$$n_L = \int_{E_{c,L}}^{\infty} \frac{(2m_L^{DOS})^{2/3}}{2\pi^2\hbar^3} \times \frac{\sqrt{E - E_{c,L}}}{1 + e^{(E-F_C)/k_B T}} dE \quad (1.4.1)$$

$$n_{\Gamma} = \int_{E_{c,\Gamma}}^{\infty} \frac{(2m_{\Gamma}^{DOS})^{2/3}}{2\pi^2\hbar^3} \times \frac{\sqrt{E - E_{c,\Gamma}}}{1 + e^{(E-F_C)/k_B T}} dE \quad (1.4.2)$$

où F_C est le quasi-niveau de Fermi des électrons et où m_L^{DOS} et m_{Γ}^{DOS} sont les masses effectives de densités d'états en L et en Γ . La multiplicité des vallées L est prise en compte dans le calcul de m_L^{DOS} .

Pour une valeur de $n_{tot} = n_{\Gamma} + n_L$ connue, déterminée en fonction du pompage, du dopage et du temps de recombinaison, la somme de ces expressions permettent de déterminer le quasi-niveau de Fermi F_C . À partir de cette valeur de F_C réinjectée dans l'expression de n_{Γ} , il est alors possible de déterminer la quantité $n_{\Gamma}/n_{\Gamma+n_L}$. Une expression équivalente pour les trous permet de déterminer F_V , le quasi-niveau de Fermi des trous.

La figure 1.4.1 présente le résultat de ce calcul effectué par Chang & Cheng en fonction de la valeur de n total pour 5 valeurs différentes de déformations biaxiale. En l'absence de déformation, la proportion en Γ est de 10^{-4} . En appliquant une déformation, la population évolue progressivement en faveur de la population en Γ . Avec plus de 5% des porteurs en Γ pour une déformation de 2%, ce niveau de déformation multiplie par 600 l'efficacité de l'injection par rapport au germanium relaxé. Le germanium est alors à bande interdite directe, ou du moins les minima des vallées L et Γ sont au même niveau ($E_{c,\Gamma} = E_{c,L}$). Sachant cela, la proportion en Γ peut finalement paraître faible. Cependant, les masses effectives en L sont bien plus élevées qu'en Γ , et la zone de Brillouin compte 8 demi vallées L pour une seule vallée Γ . À 2% de déformation, les masses effectives de densité d'état sont alors $m_{\Gamma}^{DOS} = 0.069 m_0$ et $m_L^{DOS} = 0.66 m_0$, où m_0 est la masse de l'électron libre[2]. Ce rapport de 10% entre les deux, en regard des deux équations 1.4.1 et 1.4.2, explique que la majorité des porteurs soit encore en L malgré la bande interdite directe.

Proportion de porteur en Γ , effet du cisaillement

Certaines orientations de la déformation lèvent la dégénérescence en L comme introduit à la section 1.2.4 page 25. La formule 1.4.1 est alors modifiée pour tenir compte des différentes énergies dans chacune des quatre vallées L. L'équation en

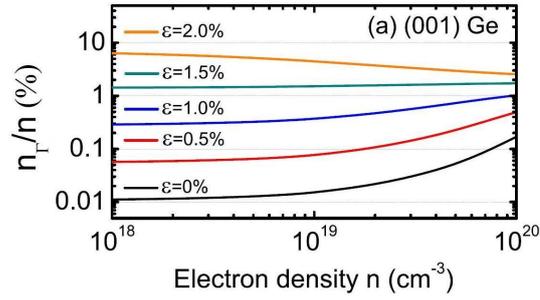


FIGURE 1.4.1: Influence de la déformation biaxiale sur la population n_{Γ}/n_{total} à température ambiante en fonction de la population de porteurs injectée[4].

Γ est identique, mais celle en L devient

$$n_L = \sum_{(a,b,c)} \int_{E^{(a,b,c)}_{c,L}}^{\infty} \frac{(2m_L^{DOS})^{2/3}}{2\pi^2\hbar^3} \times \frac{\sqrt{E - E_{c,L}}}{1 + e^{(E-F_C)/k_B T}} dE$$

où m_L^{DOS} n'est plus sommé sur les directions équivalentes et où (a,b,c) peut prendre les valeurs (111), (11 $\bar{1}$), (1 $\bar{1}$ 1) et ($\bar{1}$ 11). Ce fait est d'importance. Une partie des guides étudiés dans la suite de ce manuscrit ne permettent pas d'obtenir une déformation biaxiale. Ils peuvent être orientés pour obtenir indifféremment une déformation suivant $\langle 001 \rangle$ ou $\langle 110 \rangle$. Cependant le germanium se clivant préférentiellement suivant $\langle 110 \rangle$, la définition des facettes est simplifiée en orientant les structures dans cette direction. De ces deux directions de déformation, seule la déformation suivant $\langle 110 \rangle$ introduit du cisaillement. La figure 1.4.2 présente le résultat du calcul de n_{Γ}/n_{total} pour des déformations uniaxiales suivant $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$. Bien que pour une déformation faible le résultat soit pratiquement

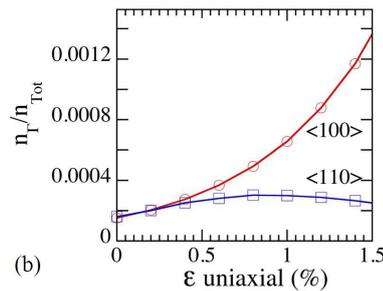


FIGURE 1.4.2: Évolution du rapport n_{Γ}/n_{total} en fonction de la déformation uniaxiale appliquée pour deux orientations différentes du cristal[5].

équivalent, à partir de 0.5% la séparation des deux courbes montre clairement la

meilleure efficacité de l'injection en Γ pour une déformation suivant $\langle 100 \rangle$. Ainsi l'utilisation de l'orientation $\langle 110 \rangle$ est contre-productive pour des déformations uniaxiales supérieures à 0.8%, et est systématiquement moins efficace que l'orientation $\langle 100 \rangle$. Pour l'orientation suivant $\langle 111 \rangle$ de la déformation (donc avec cisaillement), une étude de Zhang *et al.* conclut à son intérêt et au passage du germanium en bande interdite directe pour une déformation uniaxiale dans cette direction de 4.2%[33].

Pertes optiques dues à l'absorption par porteurs libres

La lumière émise est soumise à un autre type d'interaction que l'absorption interbande et l'émission stimulée, ou l'énergie du photon est absorbée par les porteurs libres en donnant lieu à une transition intrabande ou inter sous-bande. On peut quantifier cette absorption α_{fca} (de l'anglais *free carrier absorption*) dans un modèle de Drude-Lorentz tel qu'effectué par Chang&Cheng à la référence [4] :

$$\alpha_{fca} = \frac{e^3 \lambda^2}{4\pi^2 c^3 \varepsilon_0 n_r} \left[\frac{n_\Gamma}{\mu_\Gamma (m_c^*)^2} + \frac{n_L}{\mu_L (m_L^*)^2} + \frac{p_{lh}}{\mu_{p-lh} (m_{lh}^*)^2} + \frac{p_{hh}}{\mu_{p-hh} (m_{hh}^*)^2} \right]$$

La détermination de cette grandeur en fonction de la déformation devait considérer l'influence simultanée sur la masse effective, la mobilité et la densité de porteurs dans chaque vallée.

Pour le germanium relaxé, une expression déterminée par Jifeng Liu s'appuie sur une approche expérimentale, en posant la formule empirique :

$$\alpha_{fca} = -3.4 \times 10^{-25} n_c \lambda^{2.25} - 3.2 \times 10^{-25} p_v \lambda^{2.43}$$

où λ est la longueur d'onde en nm et n_c et p_v sont les densités d'électrons en bande de conduction et de trous en bande de valence en cm^{-3} [34]. Les coefficients sont extrapolés des publications de Spitzer *et al.* pour les électrons et de Newman & Tyler pour les trous[35, 36]. On obtient à 1.55 μm

$$\alpha_{fca} = -5.12 \times 10^{-18} n_c - 1.8 \times 10^{-17} p_v$$

À partir de ces mêmes publications, à cette même longueur d'onde, Carroll *et al.* déduisent un coefficient pour les trous nettement plus élevé[25]

$$\alpha_{fca} = -5 \times 10^{-18} n_c - 5 \times 10^{-17} p_v$$

Le coefficient pour les trous dans cette formule est une coquille. L'article de Newman & Tyler permet au plus de conclure à un coefficient de 2.5×10^{-17} . Des mesures complémentaires d'absorption leurs permettent d'obtenir à cette même énergie

$$\alpha_{fca} = -3.16 \times 10^{-18} n_c - 3.8 \times 10^{-17} p_v$$

On constate que bien qu'il y ait une grande variation dans les estimations du coefficient des trous, celui est nettement plus élevé que celui des électrons. Pour remplir la vallée L et injecter en vallée Γ , on peut soit doper soit injecter des porteurs. Cependant, l'injection génère autant de trous que d'électrons là où le dopage ne génère que des électrons, pour le même effet. L'absorption porteurs libres générée à quantité d'électrons de conduction équivalente est donc bien plus faible en dopant.

La figure 1.4.3 (a) présente les quatre évaluations en fonction du pompage et montre la grande variété des évaluations de l'absorption porteurs libres dans la littérature. Les deux évaluations de Carroll amènent à déduire une absorption porteurs

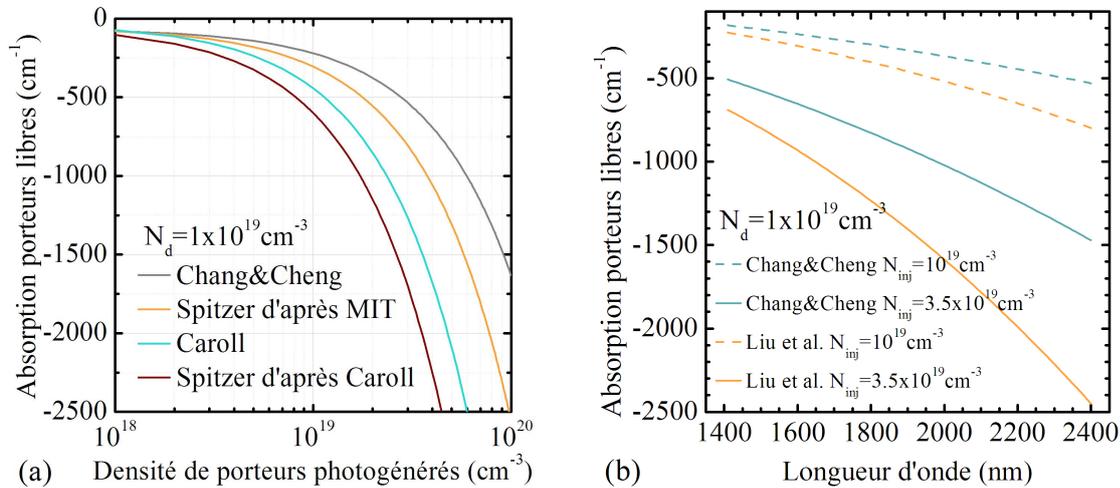


FIGURE 1.4.3: (a) Comparaison des différents calculs d'absorption porteurs libres à $1.55 \mu\text{m}$ en fonction de la densité de porteurs photogénérés, pour un dopage de $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. D'après les calculs de Carroll, l'effet laser dans le germanium sur Si annoncé par le MIT est impossible. (b) Evolution de l'absorption par porteurs libres en fonction de la longueur d'onde, pour deux niveaux d'injection.

libre de 500 cm^{-1} dans les conditions de pompage annoncées sur le laser germanium, pour un gain optique théorique de 80 cm^{-1} . Ces deux formules ne permettent donc pas d'obtenir de gain pour des déformations de l'ordre de 0.25%. Ceci amène Carroll à conclure à l'impossibilité du laser germanium sur silicium par différence de coefficient de dilatation thermique, contredisant les résultats de Jifeng Liu. Cette conclusion est cependant controversée. La formule empirique de Liu prend naturellement en compte tous les phénomènes et la distinction de Carroll entre absorption

photo-induite et absorption porteurs libre ne fait pas l'unanimité[37]. Les mesures de Carroll sont faites sur des couches « pleine plaque » alors que le laser de J. Liu est obtenu sur des couches structurées. La dynamique de recombinaison et l'homogénéité de la contrainte peuvent être très différentes. Nous ne remettons pas en cause leurs mesures, mais nous avons donc pris le parti de nous appuyer sur les approches de Jifeng Liu et Chang. La figure 1.4.3 (b) présente l'évolution de l'absorption par porteurs libres en fonction de la longueur d'onde. Deux méthodes de calculs et deux niveaux de dopage sont considérés. On observe une augmentation très nette de l'absorption avec la longueur d'onde. Lorsque l'on déforme le germanium la bande interdite diminue, en accord avec les relations 1.2.10 page 18. La déformation décale ainsi la longueur d'onde d'émission vers une plage où l'absorption par porteurs libres est plus élevée, ce qui influe sur le gain.

1.4.2 Calcul du gain optique

À partir de la densité de porteurs, de l'absorption porteurs libres et du code $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$ prenant en compte la structure de bande et éléments de matrices dipolaires, il est alors possible de calculer le gain matériau. Les formules et paramètres utilisés dans le code de Moustafa El Kurdi peuvent être retrouvés à la référence [2]. La figure 1.4.4(a) présente la densité de porteurs à injecter pour atteindre le seuil de transparence en fonction de la contrainte biaxiale suivant $\langle 001 \rangle$ appliquée. Le

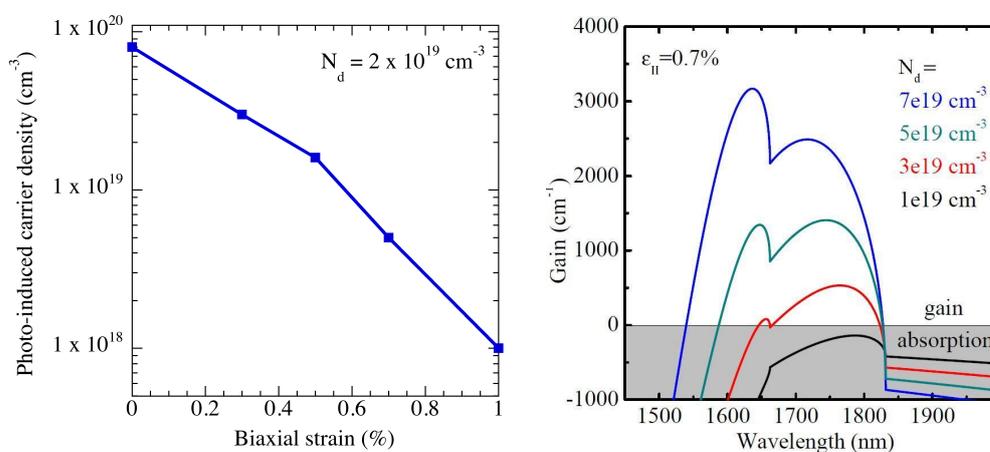


FIGURE 1.4.4: (a) Densité de porteurs à injecter pour atteindre le seuil de transparence en fonction de la déformation biaxiale suivant $\langle 001 \rangle$ appliquée. Le dopage considéré est de $2 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$. (b) Gain optique calculé dans du germanium contraint à 0.7% de façon biaxiale, en fonction de la longueur d'onde pour différentes valeurs de dopage. L'injection considérée est de $2 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$.

dopage considéré dans le calcul est de $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. L'absorption porteurs libre est celle donnée par Liu. On observe la diminution progressive de la densité de porteurs requise pour l'inversion de population. Initialement de 10^{20} cm^{-3} , elle n'est plus que de 10^{18} cm^{-3} à 1% de déformation biaxiale. Le seuil laser est alors divisé par 100. Nous obtiendrions, à ce niveau de déformation, une densité de porteurs à injecter accessible sous pompage optique continu.

La figure 1.4.4(b) présente le gain optique calculé en fonction de la longueur d'onde pour plusieurs niveaux de dopage à partir d'une déformation biaxiale de 0.7%. La population photo-induite considérée est de 10^{19} cm^{-3} . On obtient un gain positif pour un dopage de $3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, technologiquement réalisable. L'absorption augmente avec le dopage au delà de 1830 nm, dans la zone de transparence du germanium, en raison de l'absorption par les porteurs libres. À un dopage de $7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, le gain matériau théorique maximum est de l'ordre de 3000 cm^{-1} , une valeur supérieure à celle du GaAs dans les mêmes conditions de pompage optique. Des calculs similaires effectués par d'autres équipes ont mené à des conclusions équivalentes[38, 34].

1.5 Conclusion

L'utilisation d'un matériau compatible, le germanium, en remplacement du silicium comme émetteur de lumière, pourrait permettre d'obtenir une source laser sur silicium. Le germanium est lui aussi sous sa forme intrinsèque et relaxée un mauvais émetteur de lumière, avec un rendement d'injection des porteurs en centre de zone de l'ordre de 0.01% à température ambiante. Cependant, les calculs de structure de bande et de densités de porteurs montrent qu'en combinant dopage et déformation il est possible d'augmenter fortement ce rendement. Les mesures de photoluminescence sur échantillons dopés et l'expérience du blister test viennent confirmer ces calculs. Différents compromis réalistes peuvent être trouvés entre déformation, dopage et injection pour arriver à la transparence. En regard du savoir faire expérimental au sein du laboratoire, l'objectif d'une déformation biaxiale de 0.7% couplée à un dopage de $3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ a été poursuivi pendant ce travail de thèse.

Points clés

4 points pour faire laser le germanium

- ❑ La déformation augmente la proportion de porteurs dans la vallée Γ en diminuant la différence d'énergie entre les minimum des vallées L et Γ . Plus la déformation est élevée plus le comportement du germanium sera semblable à celui d'un matériau à bande interdite directe. L'équivalence est atteinte pour une déformation de 1.9% biaxiale.
- ❑ Le dopage n introduit des électrons qui occupent les états de plus basse énergie. Ces états ne sont plus accessibles pour les porteurs photo-induits. Les porteurs injectés sont donc maintenus à une énergie plus élevée, diminuant ainsi l'énergie nécessaire à leur transition de L à Γ . On diminue ainsi le nombre de paires électrons trous à injecter et donc l'absorption porteurs libre.
- ❑ En combinant ces deux approches, on peut faire du germanium un matériau à gain. Un objectif technologiquement accessible de $3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ dopants et de 0.7% de déformation biaxiale permettrait un gain optique net de 500 cm^{-1} autour de 1750 nm.
- ❑ Malgré le gain optique calculé, les états de surface et la qualité cristalline du matériau introduisent des mécanismes de recombinaisons non-radiatifs rapides faisant chuter la densité de porteurs et diminuant le rendement radiatif. Une bonne croissance cristalline et des états de surface passivés sont donc critiques pour espérer atteindre l'inversion de population.

Publications

- ❑ "Control of direct band gap emission of bulk germanium by mechanical tensile strain", M. El Kurdi, H. Bertin, E. Martincic, M. de Kersauson, G. Fishman, S. Sauvage, A. Bosseboeuf, and P. Boucaud, *Applied Physics Letters* 96, 041909 (2010)
- ❑ "Mechanical tensile strain engineering of Ge for gain achievement" M. El Kurdi, M. de Kersauson, W. Daney de Marcillac, H. Bertin, E. Martincic, A. Bosseboeuf, G. Beaudoin, R. Jakomin, I. Sagnes, S. Sauvage, G. Fishman, P. Boucaud. *7th International Conference on Group IV Photonics*, Beijing, Chine, 1-5 Septembre 2010, doi: 10.1109/GROUP4.2010.5643431, Print ISBN: 978-1-4244-6344-2, INSPEC Accession Number: 11663711.

Chapitre 2

Épitaxie de germanium sur InGaAs

Les lasers à semi-conducteurs commercialisés sont pour une vaste majorité des diodes lasers, constituées par une cavité Fabry-Pérot en matériau III-V, terminée à ses extrémités par une facette clivée, un miroir de Bragg ou un revêtement anti-réfléchissant. La simplicité apparente de ces dispositifs explique les faibles coûts de fabrications pour les lasers continus et le développement phénoménal des applications des diodes lasers, au point d'atteindre un marché mondial de plus de 3 milliards de dollars. Ceci n'a pu être accompli que par un effort de recherche intense depuis la fin des années soixante dans le domaine de l'épitaxie des matériaux III-V pour augmenter les rendements et diminuer les coûts. Une des problématiques rencontrées, notamment pour le GaN, a été la croissance sur des substrats aux paramètres de maille très différents, comme le silicium ou le saphir. Cette différence de paramètres de maille introduit des contraintes lors de la croissance qui diminue la qualité cristalline des couches et le rendement des dispositifs réalisés.

Tirant profit de 30 ans de recherche, plusieurs équipes à commencer par Bai *et al.*[39], ont développé un procédé d'hétéro-épitaxie du germanium en contrainte sur un pseudo-substrat en III-V. Une telle approche permet d'obtenir une déformation biaxiale du germanium en couches homogènes comme lors d'une croissance sur silicium. Elle donne de plus accès à des niveaux de déformation bien plus élevés, et ajustables avec la composition du pseudo-substrat.

La recherche sur le laser germanium s'appuyant sur la perspective d'obtenir à terme un effet laser sur un substrat silicium, une croissance sur III-V perd l'avantage de la compatibilité avec le silicium. On peut considérer cette procédure comme une étape intermédiaire avant report de substrat, mais le motif principal derrière cette démarche est que les conditions pour obtenir l'effet laser dans le germanium sont encore méconnues. Bien que les travaux de l'équipe de Kimerling au MIT[40, 41] aient largement commencé à lever le voile, plus de deux ans après

aucun laboratoire n'a encore réussi à reproduire l'expérience. Dans les conditions expérimentales annoncées, toutes les estimations concluent à un gain net faible et indiquent qu'obtenir un effet laser représente un vrai défi technologique. La très grande majorité des études s'appuie sur de faibles déformations du germanium, de 0.25%. Comme nous l'avons vu à la section 1.4.2 page 36, d'autres compromis entre déformation, dopage et injection pourraient se révéler intéressants, que ce soit pour augmenter le gain ou diminuer le seuil. Dans la perspective de trouver les conditions laser dans le germanium, l'approche sur pseudo-substrat III-V se justifie parfaitement, aussi bien par la simplicité de sa mise en place que par la diversité de paramètres qu'elle permet de tester.

Nous décrivons dans ce chapitre les résultats de notre étude des couches de germanium contraint par épitaxie sur III-V. Après avoir défini les objectifs, nous présenterons les conditions de croissance au Laboratoire de Photonique et de Nanostructures (LPN) du jeu d'échantillons sur lequel porte cette étude. L'analyse de la qualité de la croissance par le biais d'analyse aux rayons X, de spectres Raman et d'images au microscope électronique en transmission (MET) sera ensuite détaillée. Puis nous aborderons les mesures de photoluminescence et en étudierons la dépendance en fonction de la déformation présente et de l'épaisseur de germanium considérée. Nous montrerons dans cette partie qu'une déformation de 0.75% peut être obtenue pour une épaisseur de 150 nm, épaisseur suffisante pour permettre le confinement de l'émission spontanée dans une structure guidante. Enfin, nous comparerons nos mesures avec celles obtenues par rayons X et Raman et interpréterons les différences relevées par une différence de sensibilité aux propriétés locales du germanium.

2.1 Problématique de l'hétéroépitaxie

Lorsqu'un matériau épitaxié n'a pas le même paramètre de maille que son substrat, un jeu de contraintes s'établit entre les deux couches. Dans un cas comme le nôtre où l'épaisseur en croissance est faible devant l'épaisseur du substrat, la déformation que la couche mince peut exercer sur le substrat est négligeable. On considère donc que le substrat garde son paramètre de maille et que la couche mince adapte son paramètre de maille à celui du substrat. Si a_{couche} , $a_{substrat}$ et $a_{matériau}$ sont respectivement les paramètres de mailles dans le plan de la couche en croissance, du substrat et du matériau de la couche en croissance à l'état relaxé, la déformation de la couche dans le plan est

$$\varepsilon_{\parallel} = \frac{a_{couche} - a_{matériau}}{a_{matériau}} = \frac{a_{substrat} - a_{matériau}}{a_{matériau}} \quad (2.1.1)$$

Toutefois cette formule simpliste ne prend pas en compte les limitations dues aux conditions de croissance. Expérimentalement, la croissance est imparfaite et génère

des lacunes ou des dislocations. Ces défauts du cristal perturbent l'homogénéité de la déformation car elles sont pour les contraintes des points d'accumulation.

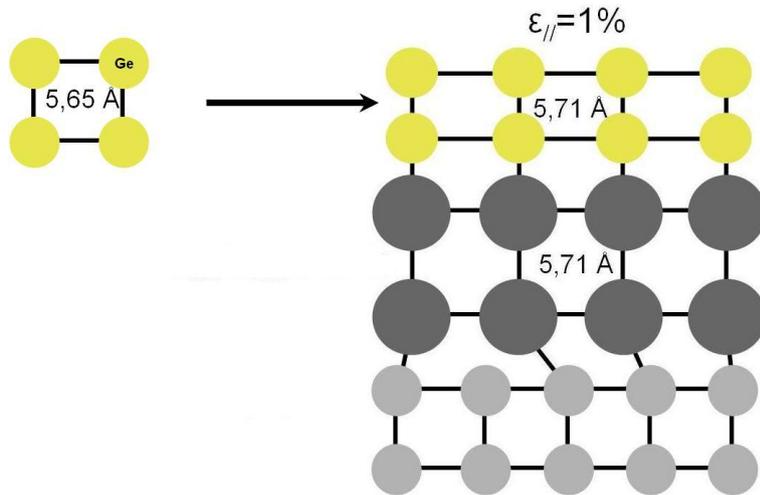


FIGURE 2.1.1: Déformation théorique d'une couche de germanium en hétéroépitaxie sur un pseudo-substrat d'InGaAs à 15% d'indium. Cette image ne montre que les défauts localisés à l'interface.

Au cours de l'épitaxie, chaque mono-couche en croissance ajoute sa propre énergie élastique aux contraintes existantes dans le cristal. Lorsque l'énergie élastique s'élève, il arrive un point où l'apparition de lacunes a un coût énergétique plus faible. Dans les régions où ces défauts ont été générés, l'accumulation d'énergie élastique à proximité de ces défauts peut alors entraîner la rupture des liaisons adjacentes de proche en proche, donnant lieu à des dislocations traversantes faisant relaxer la couche. Ces deux dynamiques limitent l'épaisseur pouvant être atteinte par l'échantillon sans qu'il perde sa contrainte initiale. Elles ont en commun le concept d'énergie critique, accumulée lorsque la couche atteint une épaisseur critique, signifiant l'existence d'un seuil en-deçà duquel la déformation de la couche est maintenue. Cette épaisseur critique est d'autant plus faible que la déformation est élevée. Des déformations très importantes, jusqu'à 2.33%, ont d'ores et déjà été obtenues sur des couches de germanium, mais seulement pour des épaisseurs ne dépassant pas 10 nm[42].

La problématique qui se dégage alors de cette approche est de combiner trois contraintes : on souhaite tout d'abord obtenir une épaisseur suffisante pour garantir le guidage, 150-200 nm. Ensuite, la déformation visée doit être suffisante pour obtenir un matériau à gain. Enfin, l'épaisseur nécessaire au guidage doit être inférieure à l'épaisseur critique. L'objet de ce chapitre est de déterminer le meilleur compromis.

Pour cela, l'étude est menée en faisant varier deux paramètres : l'épaisseur de germanium et le paramètre de maille du pseudo-substrat. Si la variation de l'épaisseur se réduit à une variation du temps de croissance, la variation du paramètre de maille nécessite un changement de composition. La détermination du paramètre de maille en fonction de la composition est décrite par la loi de Vegard : pour un alliage InGaAs à $x\%$ d'indium, le paramètre de maille a_{InGaAs} est donné par

$$a_{InGaAs} = x \times a_{InAs} + (1 - x) \times a_{GaAs} \quad (2.1.2)$$

paramètre auquel s'adapte le germanium lors de sa croissance. On a alors à partir de 2.1.1 et 2.1.2 la relation

$$\varepsilon_{Ge} = x \frac{a_{InAs} - a_{GaAs}}{a_{Ge}} + \frac{a_{GaAs} - a_{Ge}}{a_{Ge}} \quad (2.1.3)$$

Ayant à température ambiante $a_{GaAs} \approx a_{Ge}$, la déformation appliquée au germanium est pratiquement proportionnelle au pourcentage d'indium. Ainsi, en faisant varier la composition en indium du pseudo-substrat et le temps de croissance du germanium, il est possible de fabriquer un panel d'échantillon de déformations et d'épaisseurs différentes.

2.2 Croissance

La croissance de tous nos échantillons est effectuée par le Laboratoire de Photonique et de Nanostructures (G. Beaudoin, R. Jakomin, I. Sagnes). L'épitaxie est faite dans un bâti MOCVD VEECO D810 à partir de substrats de GaAs.

Dans un premier temps est réalisée la croissance d'un pseudo-substrat d'InGaAs à une faible pression de 70 Torr et une température de 650°C. Les précurseurs proviennent de sources de triméthyl-indium, tryméthyl-gallium et d'arsine dont les gaz sont portés par du di-hydrogène. L'épaisseur épitaxiée est d'environ 1µm, ce qui est suffisamment au delà de l'épaisseur critique pour assurer une relaxation presque complète du pseudo-substrat. La variation des débits permet d'ajuster la composition du pseudo-substrat pour obtenir la proportion d'indium souhaitée. Un flux d'arsine AsH_3 est maintenu dans la chambre avant le commencer la croissance du germanium pour éviter la désorption de l'arsenic du pseudo-substrat, et pendant la croissance pour réaliser un dopage N autour de 10^{19} cm^{-3} . La présence d'arsine a également un effet tensioactif améliorant la qualité cristalline du germanium en croissance[43].

La croissance du germanium s'effectue elle aussi à 650°C, à l'aide d'une source d'isobutyl-germane (IBGe) de Rohm and Haas. Les conditions du bulleur de l'IBGe sont 5°C, 600 Torr et 100 sccm. L'utilisation de ce type de source présente vis à vis du germane GeH_4 et du tetrachlorure de germanium $GeCl_4$ plusieurs avantages :

c'est une source liquide à température ambiante, non pyrophore, nettement moins toxique que le germane, dont la faible température de thermolyse (350°C [44]) permet un faible bilan thermique. Tout en permettant de faibles taux d'impuretés, son utilisation réduit également les problèmes de rugosités et de croissance 3D, rencontrés avec le germane sous l'effet d'une transition dans la reconstruction de surface en présence d'hydrogène[45]. La bonne qualité du germanium épitaxié à partir de ce type de source a été confirmée par nos travaux[46] et ceux de l'institut CNR-IMEM de Parme[47, 43, 48].

La gamme d'échantillons épitaxiés comporte un total de cinq compositions d'indium différentes dans le pseudo-substrat allant de 4.8 à 14.7%. Sur ces pseudo-substrats ont été testées sept épaisseurs de germanium différentes de 25 à 300 nm.

2.3 Analyse de la qualité cristalline

Pour étudier le compromis entre déformation et épaisseur, les échantillons sont étudiés au microscope électronique en transmission (MET), aux rayons X et en diffusion Raman. L'objectif est dans un premier temps de montrer la qualité de la croissance accessible par MOCVD au LPN.

2.3.1 Imagerie TEM

La figure 2.3.1 présente des images effectuées par le LPN à l'aide d'un MET JEOL 2200 FS doté d'une fonction balayage. L'échantillon est composé d'une couche de 50 nm de germanium épitaxié sur un pseudo-substrat d'InGaAs à 7.8% d'indium.

La figure 2.3.1(a) présente une image MET conventionnelle de la structure. La couche d'InGaAs ne contient pas de défauts traversant visibles. Les dislocations sont bien localisées à l'interface entre l'InGaAs le substrat de GaAs. Il n'y a également pas de dislocations traversantes apparentes dans le germanium à l'image et dans l'ensemble de la zone explorée. La figure 2.3.1(b) montre une image MET en mode balayage, prise avec un détecteur annulaire champ sombre à grand angle (*High Angle Annular Dark Field* ou HAADF), également appelée image en contraste de Z. L'image insérée en petit, prise avec un faible grossissement, révèle nettement l'interface. L'image principale est un zoom sur l'interface. Elle montre une très bonne continuité cristalline entre le Ge et l'InGaAs. L'épaisseur de germanium est de 47.5 nm, proche des 50 nm voulus. La rugosité a été étudiée par un microscope à force atomique (AFM) VEECO avec une résolution à l'échelle de l'atome. La rugosité de la surface est inférieure à 0.5 nm (valeur efficace), sachant que le pseudo-substrat présente lui-même une rugosité de 0.3 nm. On a donc bien une croissance 2D. Une ondulation de surface est observée, avec des marches de

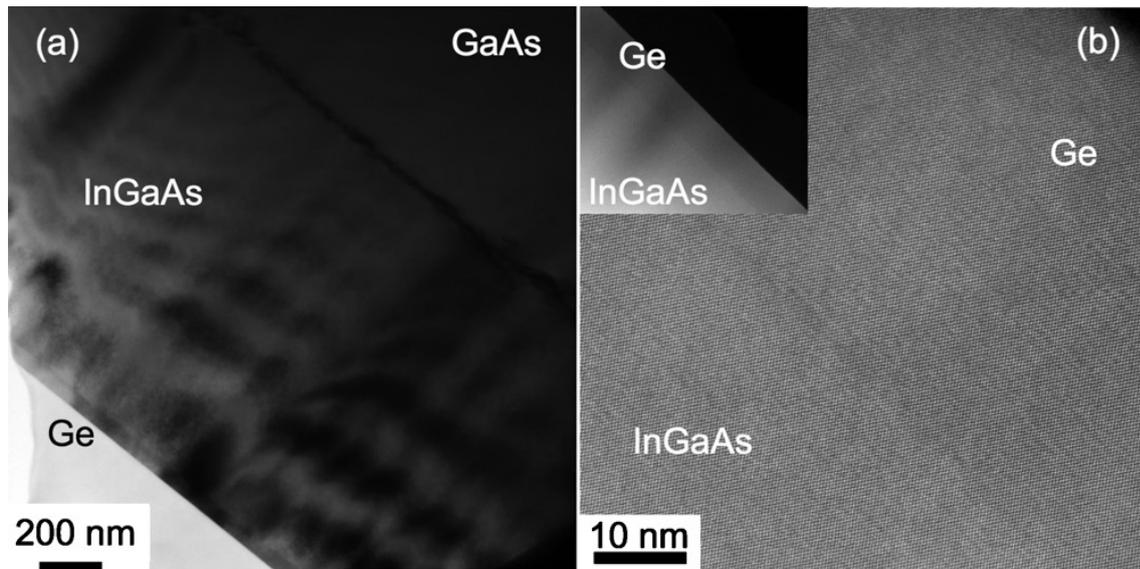


FIGURE 2.3.1: (a) Image de tomographie conventionnelle basée sur l'acquisition d'une série d'images en champ clair (BF TEM)
 (b) images obtenues en MET en mode balayage avec un détecteur annulaire champ sombre à grand angle (HAADF STEM).

l'ordre du nanomètre. Ces marches s'orientent préférentiellement suivant (011) à mesure que le pourcentage d'indium est augmenté dans le pseudo-substrat.

2.3.2 Mesure de diffraction par rayons X

Nous nous appuyons également sur la diffraction aux rayons X, qui donne simultanément des informations sur la déformation et sur la qualité cristalline. Ces mesures, effectuées par le LPN (O. Mauguin, L. Largeau), ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre Rigaku smartlab équipé d'une anode rotative. Plusieurs cartographies sont nécessaires pour déterminer la déformation. Les cartographies autour de (004) donnent la valeur du paramètre de maille a_{\perp} , perpendiculaire au plan de croissance. Combiner ce résultat aux cartographies (224) rend possible la détermination de a_{\parallel} , le paramètre de maille parallèle au plan de croissance. Afin de déterminer la présence d'éventuelles désorientations cristallines, les cartographies (004), (224) et (-2-24) sont collectées pour les quatre directions azimutales $\langle 110 \rangle$ et comparées.

Pourcentage d'indium effectif

La concentration d'indium et le taux de relaxation du pseudo-substrat présentés au tableau 2.1 sont déduits des constantes élastiques de l'InAs et du GaAs et des paramètres de maille obtenus par rayons X sur les pseudo-substrats. Les concentrations d'indium dans le pseudo-substrat révélées par ces mesures sont très différentes de l'objectif. Cela est dû à une évolution non-linéaire imprévue de la

Pourcentage d'indium visé	5	10	15	20	25
Pourcentage d'indium mesuré	4.8	8	9.8	12.5	14.7
Taux de relaxation de l'InGaAs	94	94	80	85	88.4
Pourcentage d'indium effectif	4.5	7.5	7.8	11.2	13

TABLE 2.1: Pourcentages d'indium mesurés dans les pseudo-substrats

composition du pseudo-substrat avec les proportions de précurseurs. Cet écart n'a d'autre influence que de modifier la gamme de déformation testée.

Pour les cinq concentrations d'indium, on constate également sur ce tableau que les taux de relaxation ne sont pas de 100%. La déformation exercée par le pseudo-substrat dépend du paramètre de maille de celui-ci. S'il est lui-même déformé, la déformation n'est plus reliée au pourcentage d'indium comme énoncé à la relation 2.1.3 page 42. Pour maintenir une relation linéaire entre l'état du pseudo-substrat et la déformation appliquée, similaire, on introduit alors le pourcentage d'indium effectif, produit du pourcentage d'indium mesuré par le taux de relaxation. Il représente le pourcentage d'indium d'un pseudo-substrat parfaitement relaxé ayant le même paramètre de maille, donc appliquant la même déformation. Par la suite, lorsque cela n'est pas mentionné, c'est au pourcentage d'indium effectif qu'il est fait référence. Pour illustrer la démarche de l'étude de la qualité cristalline, nous allons maintenant présenter à titre d'exemple les figures de diffraction de deux échantillons, l'un déformé de manière cohérente, l'autre ayant relaxé.

Cas de l'échantillon à 7.8% d'indium et 50 nm d'épaisseur de germanium

La figure 2.3.2 présente des cartographies de l'espace réciproque au voisinage des taches 004 (a) et 224 (b) sur le même échantillon de 50 nm d'épaisseur de Ge et de 7.8% d'indium effectif dans le pseudo-substrat dont nous avons présenté les images MET. Les taches pour le Ge et l'InGaAs sont globalement fines dans la direction horizontale (0.15° pour le pseudo-substrat), signe d'une bonne qualité cristalline.

Les paramètres de mailles $a_{||}$ du Ge et de l'InGaAs dans le plan des couches sont égaux. Ceci indique que la couche de Ge est en accord de maille sur l'InGaAs

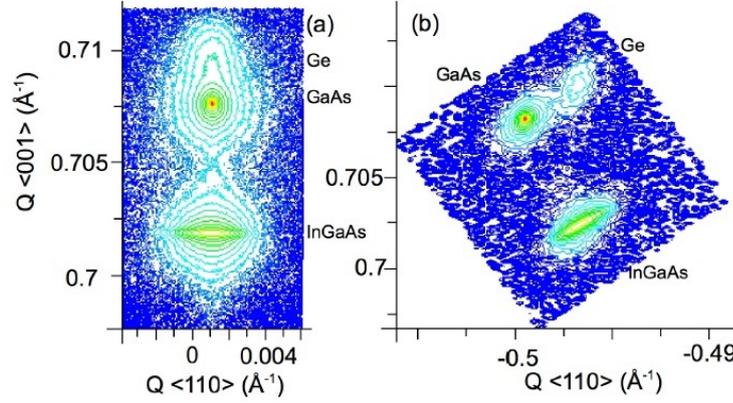


FIGURE 2.3.2: Cartographies de l'espace réciproque obtenues par diffraction des rayons X en haute résolution au voisinage des taches 004 (a) et 224 (b) d'un échantillon de 50 nm de Ge sur un pseudo-substrat à 15% d'indium visé (7.8% effectif)

et confirme la bonne qualité de l'interface observé au MET à la figure 2.3.1. Les paramètres de mailles sont identiques dans toutes les directions azimutales $\langle 110 \rangle$. La déformation du germanium en tension est donc purement biaxiale.

Les paramètres cristallins dans le plan des couches et hors plan déduits de ces mesures sont respectivement 0.5685 nm and 0.5637 nm. En raison de la proximité des paramètres de mailles du Ge et du GaAs il s'est révélé difficile de différencier les taches de diffraction pour les échantillons à faible pourcentage d'indium. Les mesures n'ont donc pu être effectuées avec précision que pour les échantillons dont le pourcentage d'indium du pseudo-substrat est d'au moins 7.8%.

La connaissance du paramètre de maille du germanium relaxé a_0 est nécessaire pour obtenir la déformation. Nous pouvons soit prendre la valeur dans la littérature soit déterminer a_0 par une déduction des mesures. Il est alors nécessaire de connaître les constantes élastiques du germanium. La connaissance de ces constantes permet d'établir la relation $2S_{12}/(S_{11} + S_{12}) = -0.698$, dont nous pouvons déduire a_0 et la déformation par les relations $\varepsilon_{\perp} = 2S_{12}/(S_{11} + S_{12})\varepsilon_{\parallel}$, $\varepsilon_{\perp} = [(a_{\perp} - a_0)/a_0]$, $\varepsilon_{\parallel} = [(a_{\parallel} - a_0)/a_0]$. On obtient alors

$$a_0 = 0.58893 a_{\perp} + 0.41107 a_{\parallel} \quad (2.3.1)$$

La valeur obtenue pour cet échantillon est $a_0 = 0.56571$ nm, très proche de la littérature (0.56578 nm). La déformation dans le plan est ici de 0.5%, identique à la déformation théorique maximale obtenue par 2.1.3, démontrant ainsi l'absence de relaxation du Ge sur cet échantillon.

Cas de l'échantillon à 13% d'indium, 250 nm d'épaisseur de germanium

On peut observer un comportement très différent à la figure 2.3.3 où sont présentées deux cartographies dans l'espace réciproque effectuées par le LPN suivant la direction (004). L'échantillon considéré est constitué de 250 nm de germanium sur un pseudo-substrat à 13% d'indium effectif. On peut voir de haut en bas les

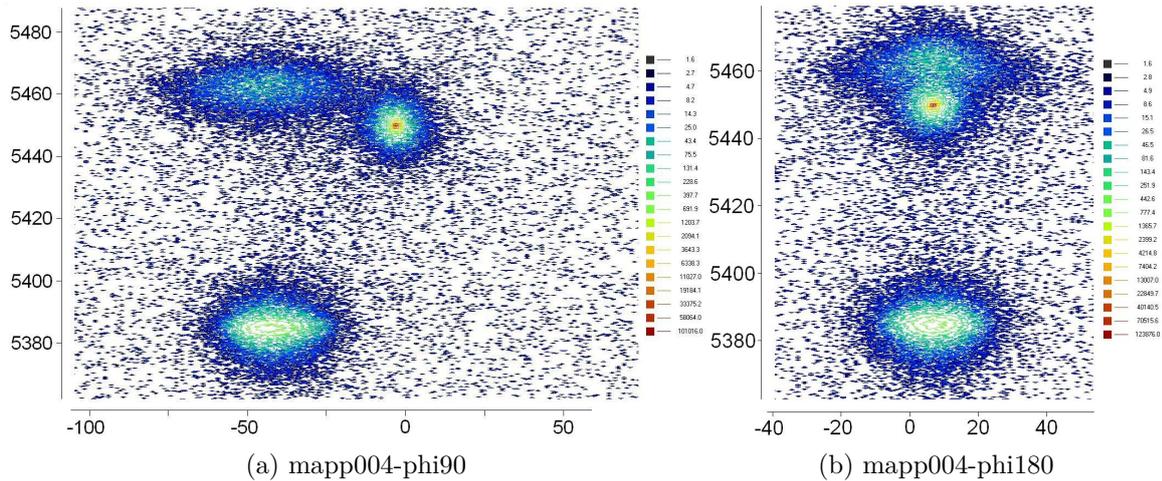


FIGURE 2.3.3: Cartographies dans l'espace réciproque effectuées par le LPN suivant la direction (004) sur l'échantillon ayant une épaisseur de germanium de 250 nm épitaxiée sur un pseudo-substrat à 13% d'indium. Deux mesures pour deux directions azimutales sont représentées : 90° (a) et 180° (b). Les taches de diffraction correspondent de haut en bas au Ge, au GaAs et à l'InGaAs.

taches de diffraction du Ge, du GaAs et de l'InGaAs.

On constate logiquement la nette domination du signal du substrat de GaAs. L'absence de contrainte donne également à la tache de GaAs un élargissement moindre. L'InGaAs a un paramètre de maille dans la direction de croissance supérieur à celui du GaAs. Sur ces graphiques il apparaît donc sous le GaAs.

La tache de diffraction du germanium apparaît au dessus de celle du GaAs. À température ambiante ces deux matériaux ont un paramètre de maille natif proche. On observe cependant un paramètre de maille plus petit que celui du GaAs dans la direction de croissance. Il s'agit du rétrécissement transverse en réponse à l'élongation du germanium dans le plan en accord avec la relation 1.2.4 page 14. L'uniformité de la déformation dans l'épaisseur du germanium est confirmée par l'absence d'extension verticale de la tache de diffraction. L'extension horizontale, elle, montre l'existence d'une inhomogénéité de la déformation dans la plan. On attribue l'origine de cette mosaïcité de la déformation d'une part à la relaxation

partielle du pseudo-substrat, d'autre part à la relaxation du germanium dans les zones de dislocation.

À la figure 2.3.3b, effectuée sous une direction azimutale de 180° , les taches de diffraction de l'InGaAs, du Ge et du GaAs sont verticalement alignées. Ce n'est pas le cas dans la Fig 2.3.3a, sous une direction azimutale de 90° . Au désalignement entre l'InGaAs et le GaAs correspond une désorientation de 0.42° entre ces deux couches due à une relaxation plastique. Cette désorientation relative ne peut être observée que dans deux directions azimutales, 90° et -90° , et n'apparaît pas sous 0° et 180° . Cette différence de comportement suivant les directions cristallines signifie l'existence d'une différence entre les deux paramètres de mailles dans le plan de l'InGaAs.

Il n'y a en revanche pas de désorientation relative entre l'InGaAs et le Ge, signifiant que cet écart à la tétragonalité se retrouve dans le germanium en croissance sur l'InGaAs. Des mesures complémentaires (non présentées) suivant les directions (115) et (-1-15) permettent de déduire les paramètres de maille hors et dans le plan du germanium. Le paramètre de maille hors plan mesuré est presque indépendant de la direction azimutale (0.564054 nm suivant 0° et 180° , 0.564040 nm pour 90° et -90°). Cependant, le paramètre de maille dans le plan varie fortement d'une direction à l'autre : 0.567998 nm pour les azimutes 0° et 180° , 0.566964 nm pour -90° et 90° .

À partir de ces valeurs et en considérant l'élongation par rapport au paramètre de maille natif du germanium extrait de la littérature (0.56578 nm), on trouve $\varepsilon = 0.39\%$ pour les directions 0° et 180° , $\varepsilon = 0.21\%$ pour les directions -90° et 90° . La déformation n'est donc pas identique suivant les deux axes du plan. En considérant maintenant l'élongation en déterminant le paramètre de maille natif du germanium par la formule 2.3.1, on trouve $\varepsilon = 0.45\%$ pour les directions 0° et 180° , $\varepsilon = 0.27\%$ pour les directions -90° et 90° .

Le tableau 2.2 présente les paramètres de maille en moyennant a_{\parallel} suivant les deux axes du plan, donc en mettant de côté le problème de non tétragonalité de la déformation. La déformation déterminée est alors de 0.3% ou 0.36% suivant la

	a_{\perp}	a_{\parallel}	a_0 calculé	a_0 de la littérature
InGaAs	0.57215	0.57056	0.57154	0.57148
Ge	0.564047	0.567481	0.56546	0.56578

TABLE 2.2: Paramètres de maille moyens de l'échantillon de 250 nm de Ge sur un pseudo-substrat d'InGaAs de 1 μm d'épaisseur et à 13% d'indium effectif. Les valeurs du tableau sont en nm.

valeur du paramètre du Ge relaxé choisie. Ces deux valeurs sont bien en deçà de la valeur attendue par la relation 2.1.1, aux alentours de 0.91%, traduisant une

forte relaxation plastique de la couche de germanium. Mentionnons que la valeur évaluée par rayons X est une moyenne sur une grande surface des paramètres de maille présents dans la couche de Ge. Cette mesure ne sera pas nécessairement identique à celle extraite par photoluminescence, ces deux outils s'appuyant sur des mécanismes fondamentalement différents, comme il en sera discuté plus loin.

On peut légitimement se demander si cette anisotropie de la déformation dans le plan ($\varepsilon_{xx} \neq \varepsilon_{yy}$) introduit une déviation significative vis à vis de la relation 1.2.10 page 18 décrivant l'évolution de la structure de bande pour une déformation biaxiale type. L'effet de la contrainte est pris en compte à travers l'Hamiltonien de Bir et Pikus[11]. Cet Hamiltonien comporte des termes hors diagonale proportionnels à la différence entre ε_{xx} et ε_{yy} . Si la déformation n'est pas équivalente dans les deux directions du plan, ces termes sont non-nuls. Ils sont définis par le produit d'un potentiel de déformation, de l'ordre de l'électron volt, par la différence de déformation entre les deux axes. Ces termes introduisent un couplage entre les trous légers, les trous lourds et la bande de spin-orbite. La correction en énergie introduite par l'anisotropie est alors proportionnelle à V^2/E où V est le terme de couplage (de l'ordre du meV) et E la différence d'énergie entre les deux bandes (≈ 30 meV). La correction que cela représente n'est pas significative, introduisant un décalage inférieur au meV dans les états d'énergie. La comparaison des calculs prenant en compte l'anisotropie et sans la prendre en compte (prenant la valeur moyenne du tableau 2.2) montre une différence de seulement $500 \mu eV$ dans l'évaluation des variations énergétique des bandes de trous lourds et de trous légers. Nous pouvons donc considérer une contrainte biaxiale effective correspondant à la moyenne des deux composantes du plan.

Notons que la problématique introduite par cette anisotropie est très semblable à celle de la déformation uniaxiale ou l'une des deux autres directions est maintenue (figure 1.2.2 page 15). La formule 1.2.11 page 18 obtenue correspond à celle en déformation biaxiale à un facteur 2 près. Pour les mêmes raisons que ci-dessus, les termes hors diagonale sont négligeables et seule la trace du tenseur des déformations, deux fois plus élevée en biaxial (cf relations 1.2.5 et 1.2.6 page 15), a une influence notable sur la structure de bande.

Pour les mesures de Raman que nous allons maintenant décrire, la résonance dépend de la somme des composantes de la déformation dans le plan. Le même résultat sera donc obtenu pour une contrainte biaxiale et pour une contrainte anisotrope de moyenne identique.

2.3.3 Mesures Raman

La spectroscopie Raman offre elle aussi un outil d'investigation de la déformation. Les expériences Raman ont été effectuées au LPICM de l'école polytechnique (G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski). Un spectromètre Raman Labram

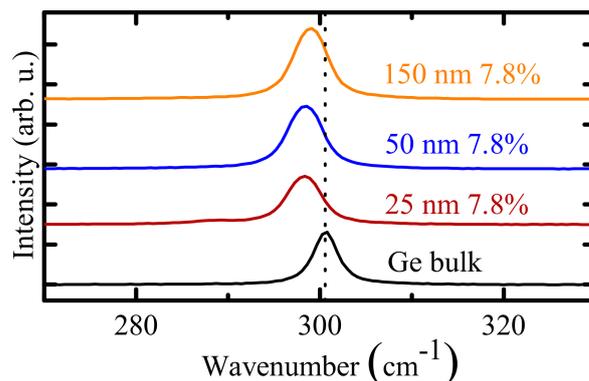


FIGURE 2.3.4: Spectres Raman montrant le décalage de la résonance Ge-Ge. L'épaisseur de Ge et la composition en indium du pseudo-substrat sont indiquées sur la figure.

HR800 (HORIBA Jobin Yvon) équipé d'un microscope confocal (Olympus BX41) sont utilisés pour l'injection du laser d'excitation à 532 nm (correspondant à une profondeur d'excitation de 20 nm) et la collection du signal Raman rétrodiffusé. Le mode de vibration Ge-Ge est aux alentours de 300 cm^{-1} pour le Ge relaxé. En supposant une contrainte biaxiale, on peut déduire la déformation à partir du décalage spectral observé sur ce mode.

La figure 2.3.4 présente quelques spectres Raman pour différentes épaisseurs de Ge sur un pseudo-substrat à 7.8%. On observe un net décalage vers le rouge par rapport au Ge relaxé, signe d'une déformation en tension dans la couche de germanium. On constate également que ce décalage est plus faible pour l'échantillon de 150 nm d'épaisseur. Cela dénote un début de relaxation sur cet échantillon. Un paramètre important est le choix de la constante b dans la relation $\Delta\omega = -b \varepsilon_{\parallel}$ entre le décalage spectral et la déformation. Sa valeur est déterminée à partir de constantes élastiques et phononiques du matériau. Nous utilisons une valeur standard pour le germanium de 415 cm^{-1} [39]. Toutefois, par des études combinées par Raman et rayons X sur des alliages SiGe, d'autres valeurs telles que 384,[49] 450[50] ou 460 cm^{-1} [51] peuvent être déterminées. Il n'est par ailleurs pas exclu que ce paramètre dépende de l'épaisseur de Ge considérée. Cela étant dit, on observe une correspondance des valeurs mesurées en rayons X et en Raman satisfaisante en prenant en compte la valeur retenue de 415 cm^{-1} . Pour une couche de Ge de 50nm sur un pseudo-substrat d'InGaAs à 7.8%, les mesures par Raman et rayon-X donnent respectivement 0.48% et 0.5%. Pour l'échantillon de 250 nm de Ge sur un pseudo-substrat à 13%, dont les mesures rayons X sont présentées à la figure 2.3.3, la valeur moyenne de la déformation est de 0.3% pour les rayons X, et de 0.29% par diffusion Raman. Les valeurs moyennes sont donc équivalentes par ces

deux méthodes.

épaisseur	indium pc.	$\varepsilon(\%)$
25	7.8	0.5132
50	4.5	0.12
50	7.5	0.388
50	7.8	0.487
150	7.8	0.347
150	4.5	0.129
250	13.4	0.32

TABLE 2.3: Résultats de mesures de spectroscopie Raman

2.4 Analyse de la déformation du germanium sur InGaAs par photoluminescence

2.4.1 Banc de caractérisation optique.

Le dispositif est représenté à la figure 2.4.1. Un laser hélium néon continu à

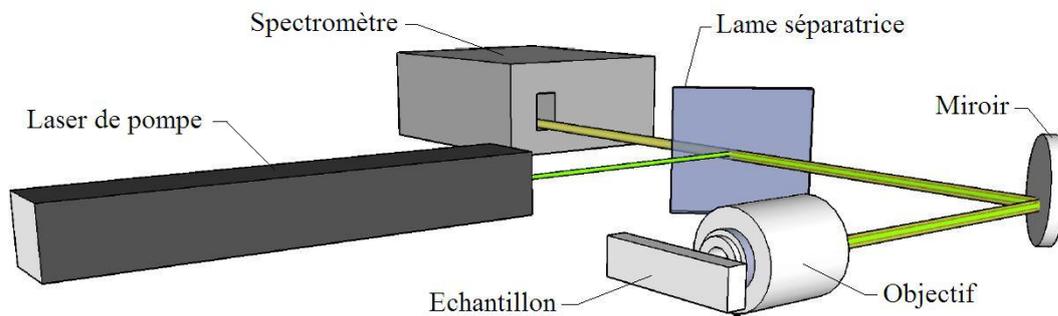


FIGURE 2.4.1: Dispositif d'excitation optique et de collection de signal de photoluminescence. L'excitation et la collection se font par le même objectif. La lame séparatrice dichroïque est réfléchissante dans le vert et transparente dans l'infrarouge.

632.8 nm de longueur d'onde et d'une puissance de 3.2 mW est utilisé pour pomper le germanium en incidence normale. Un objectif est utilisé pour focaliser le faisceau en une tache de $2 \times 2 \mu\text{m}^2$. La collection se fait par le même objectif et la luminescence est dispersée dans un spectromètre IHR550. La détection est assurée par un InGaAs étendu refroidi à l'azote liquide dont la longueur d'onde de coupure se situe à 2.1 μm .

2.4.2 Mesures

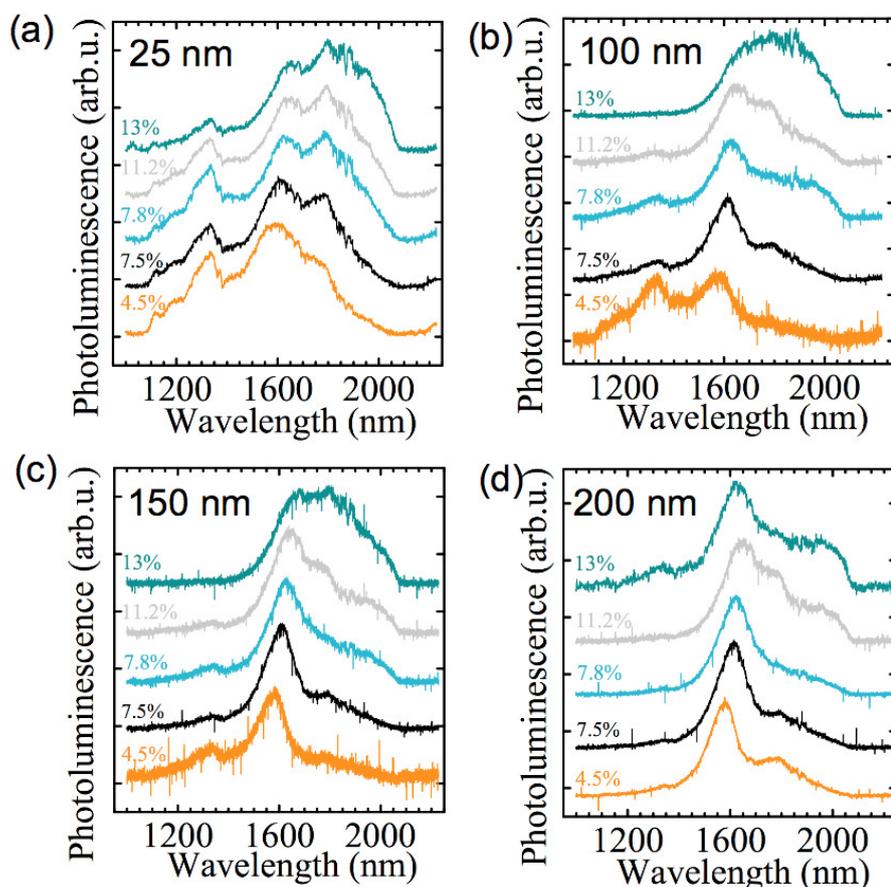


FIGURE 2.4.2: Photoluminescence à température ambiante pour les échantillons de 25 (a), 100 (b), 150 (c) and 200 nm (d) d'épaisseur de germanium en croissance sur différents pseudo-substrat d'InGaAs. Le pourcentage indiqué est le taux d'indium effectif. Les courbes sont normalisées et décalées pour favoriser la lisibilité. La résonance à 1330 nm est un signal de défauts provenant de la couche d'InGaAs.

La figure 2.4.2 présente un bilan non exhaustif de spectres de photoluminescence sur des échantillons d'épaisseur et de composition de pseudo-substrat différentes. On observe tout d'abord une première résonance associée à la bande interdite directe autour de 1600-1650 nm. Sur la résonance en bande interdite indirecte à 1800 nm, une absorption parasite vient sur certains spectres creuser la luminescence, donnant l'impression erronée de résonances multiples. Cela complique l'extraction du maximum secondaire pour la résonance large de la bande interdite

indirecte. Une troisième résonance apparaît autour de 1350 nm. C'est une luminescence de défauts qui provient du pseudo-substrat d'InGaAs comme cela est confirmé par sa disparition progressive à mesure que l'épaisseur de germanium, et donc l'absorption, augmente.

La domination des recombinaisons directes sur la majorité des spectres, très différentes de ce qui est observé en mesurant du Ge massif s'explique par l'absence de réabsorption. Dans le germanium massif, le flux émis en profondeur sera partiellement réabsorbé en traversant le germanium. L'absorption plus élevée à 1550 nm fait diminuer la luminescence des recombinaisons en Γ par rapport à celles en L à 1800 nm, moins absorbées[52].

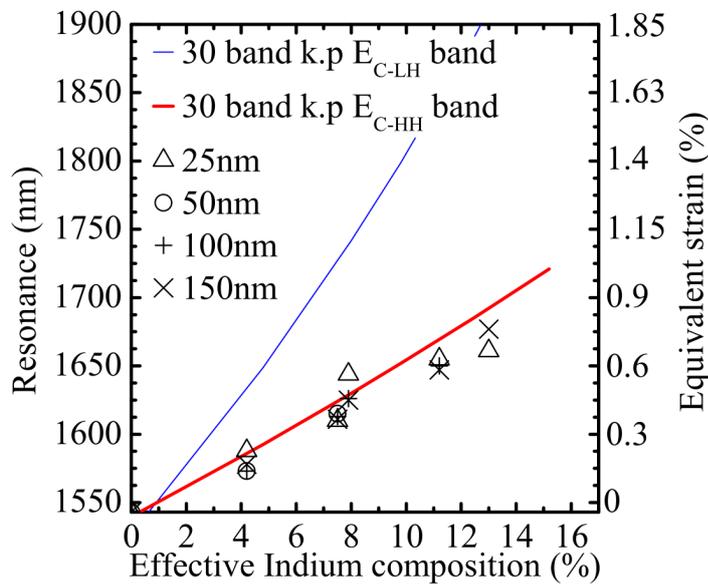


FIGURE 2.4.3: Comparaison des longueurs d'onde de résonance des recombinaisons directes avec celles calculées dans un formalisme $\mathbf{k} \cdot \mathbf{p}$ 30 bandes. Les longueurs d'ondes correspondant aux calculs pour les trous lourds et les trous légers sont indiquées en traits pleins. Les points correspondent aux données extraites de la figure 2.4.2. Les données des échantillons ayant montré une nette relaxation ne sont pas représentées. La déformation biaxiale équivalente pour ces longueurs d'ondes de résonance, obtenue par la relation 1.2.10, est indiquée en deuxième axe à droite.

Pour les échantillons dont l'épaisseur ne dépasse pas 150 nm, on observe un décalage vers le rouge régulier à mesure que la proportion d'indium augmente.

Ce décalage est la conséquence directe de la déformation dans le germanium. Sur la figure 2.4.3, la longueur d'onde à la résonance directe est comparée au décalage attendu selon la relation 1.2.10. Les mesures à puissance moindre ont montré un décalage identique, garantissant l'absence d'échauffement. On observe que toutes les mesures s'accordent fortement avec les recombinaisons théoriques de trous lourds, en accord avec l'argumentation développée à la section 1.2.2 page 19. Une conséquence importante est qu'en apparence le germanium peut être déformé sans relaxation pour des épaisseurs de 150 nm et des concentrations d'indium allant jusqu'à 13% dans le pseudo-substrat. Dans le cas présent, la longueur d'onde à la résonance est de 1670 nm, à comparer à 1543 nm, longueur d'onde de résonance pour le Ge sur GaAs. Ce décalage correspond à une déformation biaxiale de 0.75%.

Nous ne comparons pas les amplitudes de luminescence, celles-ci n'ayant pas montré d'évolution régulière. Cependant, avec l'augmentation de la déformation, un transfert de porteurs de L vers Γ plus efficace serait attendu. En se référant à la figure 1.4.1 page 33, on peut alors s'attendre à un taux n_{Γ}/n_{total} de 0.15% pour l'échantillon déformé à 0.75%. Pour l'échantillon de 150 nm de Ge et 4.5% d'indium, la déformation de 0.2% induit un taux n_{Γ}/n_{total} sept fois moindre de 0.02%.

Un autre point intéressant à observer alors sur la figure 2.4.2 est l'évolution de la luminescence en bande interdite directe par rapport à celle en bande interdite indirecte. Le rapport des deux est globalement en diminution à mesure que le pourcentage d'indium dans le pseudo-substrat augmente. Le décalage en longueur d'onde attendu est pourtant présent, sans que l'on observe l'augmentation de la proportion de luminescence en Γ attendue par les équations 1.4.2 et 1.4.1 page 32. Un autre mécanisme influe donc sur cette proportion des luminescences. Bien que ce mécanisme n'ait pas été identifié, il est toutefois possible que l'augmentation d'indium augmente le désordre dans le cristal, augmentant de ce fait la diffusion des électrons et par conséquent la possibilité d'obtenir des transitions radiatives indirectes[53]. Celles-ci sont alors accélérées d'où l'augmentation relative de la luminescence associée à des recombinaisons en L. L'augmentation du désordre dans le cristal introduit également une modification du régime établi hors équilibre déterminant la densité de porteurs totale[54]. Il faut alors prendre en compte les temps de recombinaisons associés à tous les mécanismes. La mise en équation de cette évolution s'est révélée trop complexe car d'autres facteurs peuvent influencer dans l'évolution des amplitudes, comme la réabsorption en centre de zone ou la diffusion des électrons par la rugosité de surface.

Pour terminer sur la figure 2.4.3, lorsque le germanium est relaxé les énergies de recombinaisons pour les trous lourds et les trous légers sont identiques. On peut alors remarquer que les courbes présentées ici ne sont pas jointes à 0% mais pour

1% d'indium. À 0% il s'agit d'une croissance de Ge sur GaAs, et à température ambiante les paramètres de maille du Ge et du GaAs, bien que proches, sont légèrement différents. Il en découle qu'une déformation en compression de -0.076% est appliquée au germanium en croissance sur GaAs, et que la relaxation totale du germanium à 300 K est obtenue en réalité pour un pourcentage d'indium de 1.06% dans le pseudo-substrat. Le calcul de la déformation prend en compte cette compression de -0.076% pour obtenir la vraie déformation.

2.4.3 Évolution avec l'épaisseur

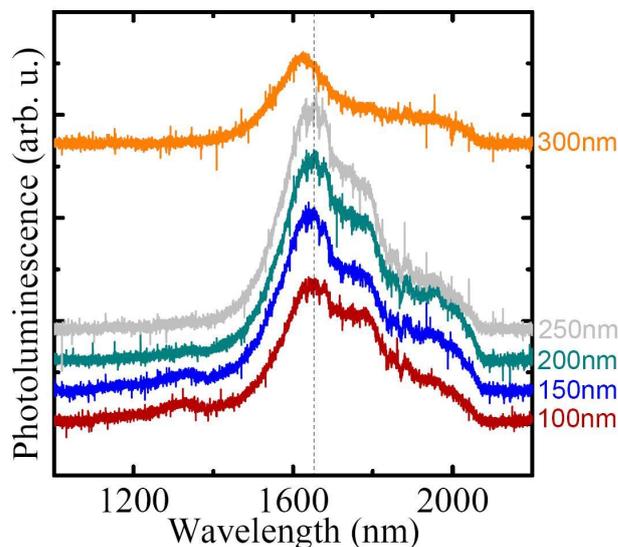


FIGURE 2.4.4: Mesures de photoluminescence sur les échantillons à 11.2% d'indium effectif pour des épaisseurs allant de 100 à 300 nm. Les courbes sont décalées pour augmenter la lisibilité, mais ne sont pas normalisées. L'épaisseur de Ge est indiquée sur la figure. La faible résonance à 1350 nm provient d'une luminescence de défauts de l'InGaAs.

La figure 2.4.4 présente les spectres de photoluminescence pour les échantillons contenant 11.2% d'indium dans le pseudo-substrat. Les spectres sont décalés verticalement mais ne sont pas normalisés. De 100 à 250 nm la forme du spectre se reproduit remarquablement, ce qui indique que la déformation est maintenue sans relaxation. Un maximum principal apparaît autour de 1650 nm, correspondant à une contrainte biaxiale de 0.58% si cette luminescence est engendrée par les recombinaisons de trous lourds. Deux autres maxima se dessinent autour de 1770 nm et 1950 nm correspondant comme dans la figure 2.5.2 à l'émission en bande interdite indirecte creusée par l'absorption de l'air. Pour les couches les plus minces,

on observe également une faible luminescence autour de 1350 nm. Le spectre de l'échantillon de 300 nm d'épaisseur de Ge est significativement décalé vers le bleu, démontrant une relaxation plastique. La longueur d'onde à la résonance correspond pour ce spectre à une déformation biaxiale de 0.44%, en nette diminution. L'épaisseur critique pour les croissances sur pseudo-substrat à 11.2% d'indium se situe donc au dessus de 250 nm, ce qui est considérable.

Au décalage vers le bleu s'ajoute pour ce spectre une importante diminution de l'amplitude, indiquant que cette relaxation s'accompagne d'une augmentation des recombinaisons non-radiatives. Ce dernier échantillon n'est donc pas adapté pour obtenir un effet laser.

Il est également intéressant d'observer l'évolution de l'amplitude de luminescence en fonction de l'épaisseur de Ge. Jusqu'à 250 nm, l'augmentation d'épaisseur s'accompagne d'une augmentation du signal de photoluminescence mesuré. On considère deux types de recombinaisons non-radiatives. Les recombinaisons Shockley-Read-Hall ou Auger dans le volume (τ_{volume}), et les recombinaison de surface caractérisées par une vitesse de recombinaison de surface (S). Les proportions entre ces deux types de recombinaisons dépendent de l'épaisseur de germanium considérée. En prenant en compte la diffusion des porteurs et en considérant que toute la lumière est absorbée pour les épaisseurs supérieures à 100 nm, la densité de porteurs introduite par le pompage optique peut être estimée à $3 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ dans notre configuration. L'ordre de grandeur du dopage étant de $n_0 \sim 1 - 2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, les recombinaisons dans le volume sont dominées par les recombinaisons Auger de type $n_0^2 p$. Considérant un coefficient Auger autour de $10^{-30} - 10^{-31} \text{ cm}^6 \text{ s}^{-1}$ dans le germanium[24, 1, 25], on peut estimer un temps de recombinaison dans le volume de la couche $\tau_{bulk} = 25 - 100 \text{ ns}$. La photoluminescence du germanium dopé n est estimée sous pompage continu par la population de trous p à partir de la relation

$$\frac{dp}{dt} = 0 = G - p \times \left(\frac{1}{\tau_{bulk}} + \frac{2S}{W} \right)$$

ou G est le terme de génération et W l'épaisseur de la couche de Ge. On en déduit une évolution avec l'épaisseur de l'intensité de photoluminescence :

$$I \propto p \propto \frac{G}{\frac{1}{\tau_{bulk}} + \frac{2S}{W}} \quad (2.4.1)$$

La figure 2.4.5 montre la concordance entre l'équation 2.4.1 et l'amplitude de photoluminescence par ajustement du paramètre S. Cette modélisation nous permet finalement d'obtenir une évaluation de la vitesse de recombinaison de surface autour de $100 - 300 \text{ cm.s}^{-1}$, standard pour le germanium[26, 55, 29]. Cette valeur de la vitesse de recombinaison prend en compte les deux interfaces. Pour un procédé d'hétéroépitaxie, c'est une valeur faible démontrant la bonne qualité de l'interface entre le germanium et l'InGaAs.

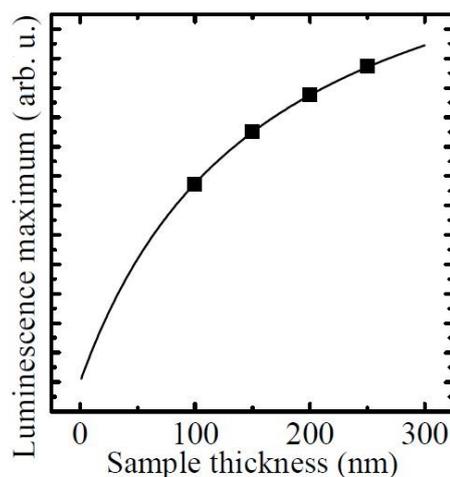


FIGURE 2.4.5: Évolution de l'amplitude de photoluminescence en fonction de l'épaisseur pour une proportion d'indium de 11.2% dans le substrat. La ligne pleine est la représentation d'un modèle à paramètre ajustable différenciant les recombinaisons de volume et de surface

2.5 Bilan des mesures de déformations

2.5.1 Comparaison des mesures Raman, rayons X et de photoluminescence

La figure 2.5.1 présente une comparaison des contraintes biaxiales déduites par Raman (points), photoluminescence (carrés) et rayons X (triangles). Il y a une différence observable dans les déformations mesurées par ces trois méthodes. Pour une épaisseur faible de germanium et un faible pourcentage d'indium, l'accord entre les mesures est satisfaisant. Cependant une déviation significative est observée pour les grandes épaisseurs. Cela est particulièrement évident pour l'échantillon de 250 nm de Ge sur pseudo-substrat à 13%. La contrainte biaxiale déduite par Raman et rayons X se situe autour de 0.3%, alors que les mesures de photoluminescence amènent à conclure 0.6% en supposant une déformation biaxiale. Plusieurs points peuvent expliquer cette différence.

La zone sondée est pour les rayons X de l'ordre du millimètre carré. La zone d'émission du germanium est de quelques dizaines de microns carrés dans le dispositif utilisé, plus petite de trois ordres de grandeurs. La déformation déduite des rayons X est donc une moyenne sur une surface importante, comprenant des régions de défauts et de dislocations. Ces défauts introduisent un champ de déformation variable, où les zones de meilleure qualité cristalline auront une déformation maximale, et les zones de défauts une déformation plus faible du fait de la relaxation.

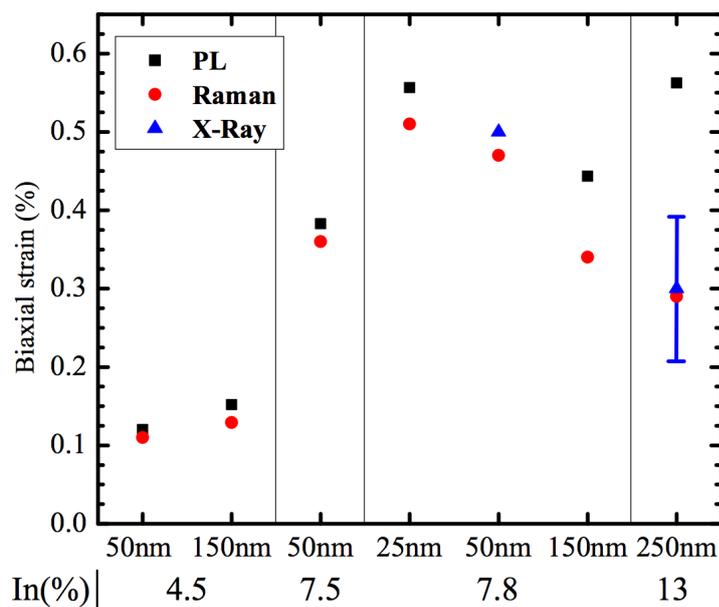


FIGURE 2.5.1: Comparaison des contraintes biaxiales déduites par Raman (points), photoluminescence (carrés) et rayons X (triangles). L'axe horizontal montre le pourcentage d'indium et l'épaisseur de germanium. La barre d'erreur pour la mesure de rayons X à 13% et 250 nm montre les valeurs mesurées pour les deux directions du plan de la couche (0.39% et 0.21%, 0.3% en moyenne).

Les rayons X mesurent une moyenne de ces régions et en déduisent la déformation moyenne du cristal.

La photoluminescence, elle, est très sensible aux recombinaisons non radiatives. À proximité de dislocations traversantes et des régions à forte densité de défauts, l'efficacité radiative chute du fait de l'augmentation des recombinaisons non-radiatives. Ceci implique que le signal à proximité des défauts est plus faible que dans les régions bien déformées. La photoluminescence fait donc ressortir préférentiellement les zones de bonne qualité cristalline, sans relaxation. Ce n'est pas le cas pour la diffusion Raman ou les rayons X.

Un autre mécanisme vient amplifier l'influence de la qualité locale du cristal sur sa participation à la photoluminescence mesurée. La bande interdite est plus faible dans les régions où la déformation est maximale, donc sans défauts. On aura alors un phénomène de diffusion et de confinement des porteurs dans les zones les plus déformées et de meilleure qualité cristalline, accentuant encore la contribution des zones de bonne qualité cristalline dans la luminescence mesurée[56]. La photoluminescence sonde donc préférentiellement la zone la plus déformée où se situent

		pourcentage d'indium effectif (%)				
		4.5	7.5	7.8	11.2	13.3
épaisseur (nm)	25	0.216	0.35	0.55	0.62	0.65
	50	0.12	0.38	-	-	-
	100	0.21	0.37	0.45	0.59	-
	150	0.15	0.35	0.44	0.57	0.75
	200	0.15	0.37	0.42	0.6	0.47
	250	-	-	0.42	0.62	0.56
	300	-	-	0.34	0.43	-

TABLE 2.4: Valeurs de la déformation dans le plan déduites des spectres de photoluminescence.

les porteurs photo-induits et les spectres résultants ne traduisent qu'une signature localisée, maximale, des propriétés du matériau. Il n'est donc pas surprenant que les épaisseurs élevées et forts pourcentages d'indium dans le pseudo-substrat conduisent à des résultats différents entre les différents systèmes de mesures. On peut également conclure de cette analyse qu'un bon accord entre les mesures par rayons X et par photoluminescence signifie l'égalité des valeurs de déformation maximales et moyennes, signature d'une homogénéité totale de la déformation dans la couche.

S'ajoute alors la problématique de l'anisotropie observée pour les échantillons à forts pourcentages d'indium dans le pseudo-substrat. Cette anisotropie est une conséquence directe des propriétés du pseudo-substrat d'InGaAs. Plusieurs études ont montré des variations des potentiels de déformation phononiques et du coefficient Raman en présence d'anisotropie de déformation[57]. Des différences dans les déformations mesurées par photoluminescence, diffusion Raman et rayons X ont également pu être observées dans le cadre d'études sur les nitrures[58, 59]. On peut alors s'attendre au même constat dans du germanium en tension.

2.5.2 Compromis entre déformation et guidage efficace

La figure 2.5.2 montre un bilan des résultats obtenus par photoluminescence. L'amplitude de la déformation y est représentée en fonction de l'épaisseur de la couche et du pourcentage d'indium effectif. La tendance générale est, pour une épaisseur fixée, une augmentation de la déformation en augmentant le pourcentage d'indium. Cette tendance n'est néanmoins valable que dans une gamme restreinte d'épaisseur et de pourcentage d'indium. La partie rayée dans la figure définit la zone pour laquelle on observe une relaxation partielle de la couche de germa-

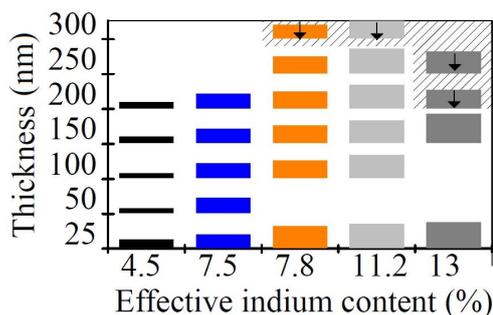


FIGURE 2.5.2: Amplitude de la déformation biaxiale déduite des mesures de photoluminescence en fonction de l'épaisseur de germanium et du pourcentage d'indium effectif. La hauteur des barres est proportionnelle à la déformation dans le plan du tableau 2.4. La partie grisée met en évidence les valeurs ayant engendré une forte relaxation. Les flèches sombres indiquent une forte diminution de l'amplitude de la luminescence.

nium. Cette relaxation partielle est également accompagnée d'une nette diminution de l'amplitude de luminescence. Notre problématique restant d'obtenir un échantillon suffisamment épais accompagné d'une déformation maximale, la figure 2.5.2 montre un bilan apte à nous faire dégager les meilleurs compromis. Il s'agit donc d'un pas important dans la conception de couches fortement déformées dans l'optique d'un laser germanium.

L'optimum se situe autour de 150-200 nm, pour une concentration d'indium entre 8 et 13%. Ces valeurs sont également compatibles avec le guidage optique. Dans le but d'obtenir un effet laser dans le germanium il est nécessaire d'avoir un recouvrement suffisant entre le champ guidé et le matériau à gain. Si nous considérons un empilement vertical constitué d'un substrat de GaAs, d'InGaAs, de Ge et d'air, une épaisseur minimale de Ge est requise pour que le mode se voie suffisamment confiné dans la couche de Ge. Cette épaisseur se situe aux alentours de $\lambda/2n$, où λ est la longueur d'onde du mode guidé et n l'indice de réfraction du germanium. La variation d'indice optique de l'InGaAs avec sa composition d'indium est faible sur la plage considérée. Aux interfaces de matériaux, on a donc une variation d'indice de 4 à 1 avec l'air et de 4 à 3.4 avec l'InGaAs.

La figure 2.5.3 montre en simulation le profil du champ pour le mode TE₀, à différentes épaisseurs de germanium sur InGaAs. La longueur d'onde d'espace libre considérée dans ces simulations est 1600 nm. On peut y voir en (a) la répartition du champ pour 500 nm et 150 nm de germanium. Les trois zones correspondent de gauche à droite à l'InGaAs, au germanium et à l'air. Si l'essentiel du champ est bien confiné pour 500 nm, à 150 nm le mode TE₀ déborde considérablement

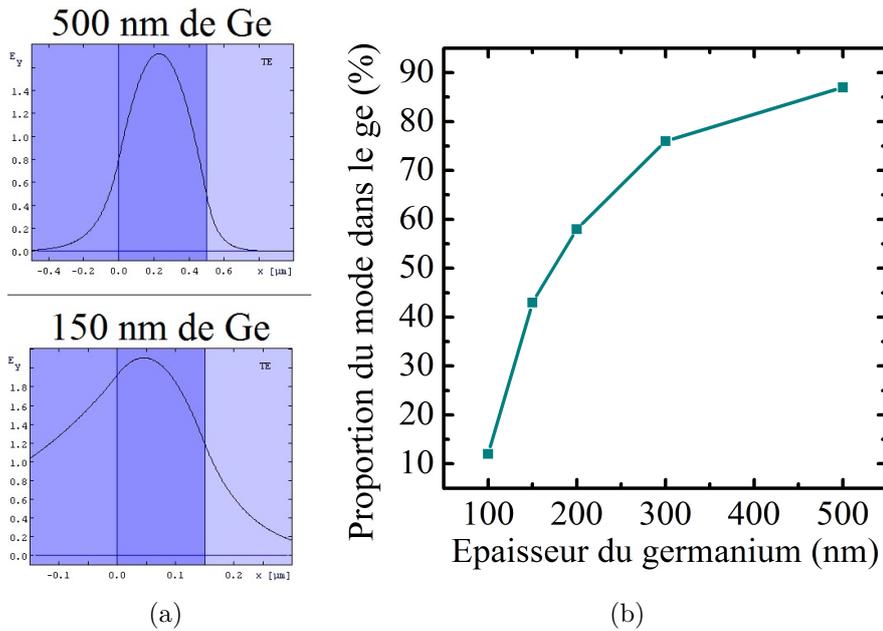


FIGURE 2.5.3: (a) Profils du mode TE₀ pour 500 nm et 150 nm de germanium. Les trois régions correspondent de gauche à droite à l'InGaAs, au germanium et à l'air. Si pour 500 nm de germanium le mode est bien confiné dans la couche, pour 150 nm le champ se localise essentiellement dans le pseudo-substrat. (b) Pourcentage du champ localisé dans la couche de germanium en fonction de l'épaisseur, déterminé par intégration des profils similaires à la figure (a) pour différentes épaisseurs.

sur le GaAs. La figure 2.5.3 (b) montre l'évolution du recouvrement du mode TE₀ avec la couche de Ge en fonction de l'épaisseur. On constate que malgré la forte chute de la proportion du champ dans le Ge à mesure que l'épaisseur diminue, pour 150 nm d'épaisseur cette proportion est toujours de 45%. La modélisation numérique confirme donc qu'une épaisseur de 150 nm est suffisante pour obtenir un confinement satisfaisant d'un mode à 1.6 μm polarisé TE (champ électrique parallèle à la couche). L'échantillon optimal est alors d'après la figure celui constitué de 150 nm de germanium sur pseudo-substrat à 13% d'indium.

Des simulations analogues montrent qu'une épaisseur d'environ 200 nm est requise dans les mêmes conditions afin d'obtenir pour le mode TM un confinement équivalent. Cela indique que diminuer la déformation sera requis pour cette polarisation. Un pourcentage d'indium inférieur à 11% et une épaisseur de Ge autour de 200 nm représente le meilleur compromis pour cette configuration.

Les structures étudiées dans la suite de cette thèse ont également nécessité la fabrication de couches de germanium sur GaAs. La très faible déformation du germanium en croissance sur un tel substrat fait que la diminution de la qualité cristalline avec l'épaisseur est inexistante. Bien que 200 nm puissent paraître suffisants, pour optimiser le confinement et garantir une marge suffisante en cas de détérioration à la gravure nous avons considéré pour ces échantillons des épaisseurs de germanium de 300, 500 et 750 nm.

2.6 Conclusion

Nous avons présenté les propriétés optiques du germanium en tension en croissance sur pseudo-substrat d'InGaAs en fonction de l'épaisseur et du pourcentage d'indium. Des déformations conséquentes peuvent être obtenues par cette approche. L'étude a montré un compromis existant entre forte déformation et épaisseur. L'épaisseur critique est par exemple au delà de 250 nm pour les échantillons à 11.2% d'indium. Cela étant dit nous observons en photoluminescence que le rapport entre les amplitudes de photoluminescence en bande interdite directe et indirecte diminue lorsque la déformation augmente, indiquant des transitions radiatives indirectes accélérées. Pour des épaisseurs élevées et de forts pourcentages d'indium, les rayons X ont montré une anisotropie du paramètre de maille du germanium. Nous avons montré que ces conditions provoquent des différences entre les mesures de déformation par photoluminescence, Raman et rayons X. Cette différence a été attribuée à la surface sondée et aux sensibilités différentes de ces moyens de mesure aux propriétés du matériau. Cette étude a permis un choix adapté des échantillons à structurer dans la recherche d'un laser germanium.

Points clés

Croissance de germanium déformé sur substrat III-V

- ❑ L'hétéroépitaxie est un moyen efficace pour obtenir du germanium déformé et dopé. Des couches de 150 nm de germanium déformées à 0.75% peuvent être obtenues.
- ❑ La déformation et le dopage obtenus sont théoriquement suffisants pour faire de ce germanium un matériau à gain. Les épaisseurs obtenues sont également compatibles avec le confinement d'un mode guidé.
- ❑ L'augmentation de la luminescence en Γ attendue sous l'effet de la déformation n'a pas été observée. Que cela soit dû à une augmentation des recombinaisons radiatives indirectes, à une augmentation de la densité de défauts et des recombinaisons non radiatives ou à une combinaison des deux ne s'oppose pas à ce que ces échantillons soient théoriquement adaptés pour obtenir un effet laser sous pompage optique pulsé.

Publications

- ❑ "High quality tensile-strained n-doped germanium thin films grown on InGaAs buffer layers by metal-organic chemical vapor deposition", R. Jakomin, M. de Kersauson, M. El Kurdi, L. Largeau, O. Mauguin, G. Beaudoin, S. Sauvage R. Ossikovski, G. Ndong, M. Chaigneau, I. Sagnes, and P. Boucaud, *Applied Physics Letters* 98, 015109 2011
- ❑ "Effect of increasing thickness on tensile-strained germanium grown on InGaAs buffer layers", M. de Kersauson, M. Prost, A. Ghrib, M. El Kurdi, S. Sauvage, G. Beaudoin, L. Largeau, O. Mauguin, R. Jakomin, I. Sagnes, G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski and P. Boucaud, accepted in *Journal of Applied Physics*

Chapitre 3

Déformation du germanium par dépôt de nitrure

De toutes les approches vers un laser germanium présentes dans la littérature, le Ge en croissance sur silicium est jusqu'ici la seule à proposer un procédé compatible avec la filière silicium de fabrication industrielle standard. Néanmoins, les 0.25% maximum atteignables par différence de coefficient de dilatation thermique posent une limite importante au gain, conduisant à une densité de seuil élevée, nécessitant des longueurs de guide millimétriques même à fort dopage pour obtenir l'effet laser. L'approche sur pseudo-substrat, telle que décrite au chapitre 2, est nécessairement intermédiaire avant report de substrat, rendant la procédure plus lourde.

Nous présentons ici une autre approche, directement compatible avec la technologie silicium, utilisant le dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD) de couches contraintes de nitrure de silicium pour appliquer la déformation au germanium. L'énergie mécanique accumulée dans le matériau déposé est alors utilisée pour appliquer la force nécessaire à la déformation du germanium.

L'utilisation de ces dépôts n'est pas nouvelle en électronique. C'est un procédé classique de déformation, notamment pour augmenter la mobilité des électrons dans le canal des transistors. Ils ont par ailleurs déjà été étudiés en photonique sur silicium pour introduire des processus $\chi^{(2)}$ [60]. L'application au germanium dans la recherche d'un effet laser est en revanche nouvelle.

Dans la première partie de ce chapitre, nous présentons les caractéristiques du dépôt de nitrure par PECVD. Nous y introduisons le principe de ce type de dépôt, les paramètres d'optimisation permettant de maximiser la contrainte interne et la problématique de l'épaisseur critique.

La seconde partie étudie l'influence d'un dépôt de nitrure sur un substrat de germanium, en fonction des épaisseurs de nitrure déposées et de l'épaisseur du substrat. Elle présente les problématiques de relaxation du nitrure, de transfert de

contrainte et de cintrage.

La troisième partie de ce chapitre s'intéresse aux guides en germanium déformés par ces couches PECVD. Nous détaillerons la fabrication des différentes structures, les simulations par éléments finis effectuées en fonction du profil observé au microscope électronique à balayage, les conditions d'excitation optique et l'impact de la couche de nitrure sur les propriétés de photoluminescence.

La dernière partie aborde l'étude des cavités de type micro-disque. Après un rappel sur les modes de galerie dans ce type de structures, nous présenterons successivement les simulations, la fabrication et l'étude de photoluminescence sur ces structures.

3.1 Principe de la déformation par dépôt PECVD

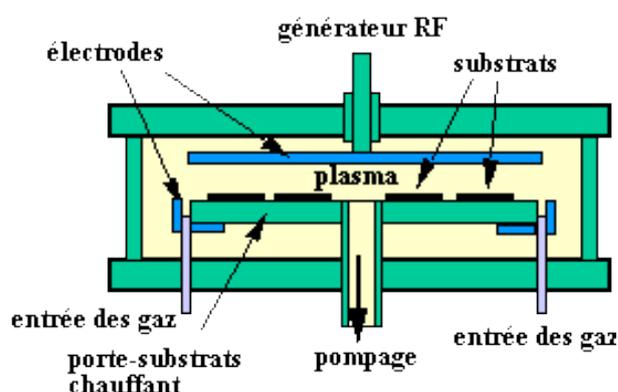


FIGURE 3.1.1: Schéma de principe d'une chambre PECVD [6]

Depuis son invention en 1965 par Sterling et Swann, la PECVD est devenue une technique classique de la microélectronique pour le dépôt de couches isolantes. La figure 3.1.1 présente une vision schématique de la chambre d'une PECVD. Le principe de ce dispositif est d'utiliser un plasma pour casser les réactifs introduits dans la chambre. Pour cela, un fort champ électrique oscillant est appliqué entre deux électrodes. En début de réaction, les quelques charges naturellement présentes dans les gaz sont fortement accélérées et génèrent d'autres ions par collision. Le phénomène se produit en cascade jusqu'à ce qu'un équilibre s'établisse avec le phénomène inverse, la recombinaison des charges du plasma.

Par rapport à l'évaporation, cette technique possède l'avantage d'avoir un bilan thermique plus faible. Bien que la température électronique soit très élevée dans le plasma (10^4 - 10^5 K), les températures des espèces lourdes et de la chambre peuvent rester faibles. En conséquence la température du substrat lors du dépôt

est typiquement de 150 à 500°C, et peut descendre encore par l'utilisation de précurseurs organométalliques. Ainsi, l'échauffement du substrat comme la diffusion des dopants est limitée. Autre avantage de la PECVD, notamment par rapport à la pulvérisation cathodique, le dépôt peut se faire de manière relativement conforme. Deux types de dépôts peuvent être effectués, correspondant à deux fréquences d'oscillation du champ électrique : 13.56 MHz pour les dépôts haute fréquence et 380 kHz pour les dépôts basse fréquence.

Dans le cas des dépôts à haute fréquence, la fréquence d'oscillation du champ est trop importante pour permettre une accélération des ions du plasma, trop lourds. Seuls les électrons, plus légers, vont être suffisamment accélérés par le champ pour participer aux collisions. Dans ces conditions, le mouvement des ions gazeux dans la chambre est isotrope et il n'y a pas de direction privilégiée pour le dépôt. C'est un dépôt conforme.

Dans le deuxième cas la fréquence est plus basse. La période correspondante de 2.6 μ s est suffisante pour accélérer les ions. Les ions suivent alors les oscillations du champ et une direction privilégiée pour le dépôt apparaît. Le champ étant généré perpendiculairement au substrat, il y a projection des ions à la surface. C'est un dépôt légèrement anisotrope, avec une croissance préférentiellement verticale. L'un des avantages des dépôts basse fréquence est notamment la forte accélération de la vitesse du dépôt par l'effet de bombardement.

De nombreux dépôts sont accessibles par PECVD : oxyde de silicium et nitrure de silicium sont les plus courants, mais citons parmi les nombreuses autres possibilités les dépôts de nitrure d'aluminium, de carbure de silicium, d'oxynitrure de silicium, de silicium amorphe, de carbone amorphe, de dioxyde de titane, de cuivre, de nanofils de carbone...

Ce travail de recherche s'intéresse uniquement aux dépôts de nitrure de silicium. Les précurseurs utilisés sont alors le silane SiH_4 et l'ammoniac NH_3 . Un des intérêts de ces dépôts est qu'ils permettent d'obtenir durablement une surface traitée en passivant des liaisons pendantes à la surface par l'hydrogène dans la chambre [61]. Les traitements chimiques par acides permettent d'obtenir temporairement une surface décontaminée. Dans le cas d'un dépôt en revanche, la couche isolante mise en place protège durablement le germanium des contaminations métalliques et organiques.

Pour notre application cependant, il s'agit d'un bénéfice complémentaire. Notre intérêt pour les dépôts de nitrure de silicium provient de l'existence au sein de la couche déposée d'une forte contrainte mécanique interne.

3.1.1 Propriétés des dépôts de nitrure

Le nitrure de silicium Si_3N_4 tel qu'utilisé dans l'industrie est un matériau d'une grande dureté (dureté de Vickers ~ 20 GPa). Il possède également d'excellentes pro-

priétés pour des applications à forts bilans thermiques en raison de son haut point de fusion (1900°C) et de son faible coefficient de dilatation thermique (5×10^{-5}). Ces propriétés ont généré un intérêt pour des applications dans le domaine des turbines à gaz, des tubes à thermocouple, ou du travail des métaux en fusion. C'est également un isolant avec une bande interdite de l'ordre de 5 eV. Il en existe deux formes cristallines, l'une trigonale et l'autre hexagonale, mais la grande majorité des applications l'utilisent sous forme de céramique.

Sous cette dernière forme, il possède un module d'Young très élevé de 230 GPa et un coefficient de Poisson de 0.23. Dans le cas d'un nitrure de silicium généré par PECVD en revanche, la variabilité des dépôts ne permet pas d'avancer de valeur numérique. Toute variation dans la chambre modifie en effet la composition finale du film. La pression totale, la pression partielle des précurseurs, la température et la puissance du plasma influent sur les réactions chimiques et à terme, sur la composition du dépôt. La description des réactions chimiques présentes pourra être trouvée à la référence [62]. Composition et organisation atomique résultantes ne correspondent pas exactement au Si_3N_4 stœchiométrique. En fonction du ratio des gaz précurseurs, il peut notamment apparaître une très large proportion de liaisons Si-Si, voire des inclusions de silicium amorphe. Par ailleurs le nitrure PECVD intègre au cours de la croissance une proportion de l'hydrogène présent dans la chambre. Le composé final est donc généralement mieux décrit par la formule $\text{SiN}_x:\text{H}$.

Cet hydrogène a un effet important sur les caractéristiques mécaniques des films. D'un point de vue microscopique, la tenue sous traction d'un matériau dépend notamment de la densité des liaisons. Prenons un volume de nitrure PECVD. Dans ce volume, du fait de la monovalence de l'hydrogène, les liaisons Si-H ou N-H ne participent pas à l'interconnexion du matériau. Sous une force de traction, elles ne résistent pas à l'étirement. Dans un même volume de nitrure de silicium parfait, les liaisons Si-H et N-H sont remplacées par des liaisons Si-N. Celles-ci présentent une résistance à la traction. Ainsi, dans un dépôt PECVD, toutes les liaisons hydrogènes formées ne pourront que diminuer l'énergie de cohésion de l'ensemble. La rigidité du matériau, et donc le module d'Young E , s'en trouvent diminués. De nombreux paramètres entrent en jeu dans la proportion d'hydrogène présente : fréquence d'oscillation du plasma bien sûr, mais aussi proportion des réactifs, pression dans la chambre ou température. Les travaux de doctorat de Gaëtan Raymond[63] à l'institut polytechnique de Grenoble montrent suivant les conditions une variation du module d'Young de 70 GPa à 230 GPa. Il constate également pour les dépôts de nitrure à haute fréquence une différence des modules d'Young dans le plan et hors plan, pouvant aller de 20 à 40%. L'origine de cette anisotropie est attribuée à la présence d'une porosité, liée à l'hydrogène, dont l'orientation est préférentiellement suivant z .

La présence d'hydrogène influe également sur la densité du matériau, initialement de 3.2 g.cm^{-3} , mais pouvant descendre jusqu'à 2 g.cm^{-3} pour les dépôts haute fréquence (HFSIN) les plus poreux. On peut alors s'attendre à une influence sur le coefficient de Poisson. Peu d'études apparaissent dans la littérature sur le sujet, ou alors sur un faible jeu de paramètres[64]. Cependant, la variété des mesures existantes, allant de 0.23 à 0.3, démontre que ce paramètre varie également.

Ainsi, les propriétés du nitrure de silicium déposé par PECVD n'ont que peu en commun avec la céramique du même nom. En prenant en compte les valeurs exactes du module d'Young et du coefficient de Poisson, une meilleure évaluation de la déformation induite dans le germanium serait possible. En raison des variations des caractéristiques mécaniques du matériau à la moindre modification des conditions de croissance, une étude systématique en fonction de chaque paramètre serait alors requise. Ce travail sort du cadre de cette thèse. Notre effort s'est donc concentré sur la maximisation des contraintes dans le nitrure. À partir de ce matériau optimisé pour sa contrainte, il est alors possible d'appliquer une déformation au germanium.

3.1.2 Contraintes mécaniques des dépôts PECVD de nitrure de silicium.

L'origine de la présence de contrainte au sein des dépôts de nitrure par PECVD est triple :

- Le dépôt par PECVD est un dépôt hors équilibre : la vitesse élevée du dépôt fait que les liaisons entre espèces en surface ne trouvent pas leur état d'équilibre avant que d'autres ne viennent se déposer. En conséquence, une proportion des liaisons chimiques sont figées hors équilibre. Cette distorsion des liaisons du nitrure introduit une force de rappel, à l'origine de contraintes.
- Lors du dépôt des premières monocouches, le matériau tend à adapter son paramètre de maille à celui du substrat, introduisant un mécanisme de déformation par épitaxie identique à celui étudié dans le chapitre 2.
- Les dimensions de la couche sont celles du substrat. Les dépôts ne s'effectuant pas à température ambiante, lors de la descente en température, la différence de dilatation thermique entre substrat et dépôt introduit des contraintes supplémentaires dites thermoélastiques.

En fonction des conditions du dépôt, des contraintes en tension ou en compression, de différentes amplitudes, peuvent être obtenues. La détermination de ces contraintes s'appuie sur une méthode de mesure de courbure. Pour cela, on mesure la courbure d'un substrat de silicium 4 pouces en relevant la déflexion d'un faisceau laser balayant la surface. Une épaisseur micrométrique de nitrure est ensuite déposée sur la surface de ce même substrat. Une deuxième mesure de courbure

est effectuée après dépôt. Le substrat est ainsi déformé par le nitrure en proportion de ces contraintes et cette mesure permet alors de relever un nouveau rayon de courbure. On remonte ensuite à la contrainte à partir de ces deux mesures de courbures, en utilisant la formule de Stoney :

$$\sigma_f = \frac{E_s}{1 - \nu_s} \frac{e_s^2}{6e_f} \left(\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\rho_0} \right)$$

où σ_f est la contrainte dans le film, E_s est le module d'Young du substrat, ν_s le coefficient de Poisson du substrat, e_s l'épaisseur du substrat, e_f l'épaisseur du film, ρ le rayon de courbure du substrat après dépôt et ρ_0 le rayon de courbure mesuré avant dépôt.

À l'aide de cette méthode de mesure, nous avons pu étudier l'influence des paramètres du dépôt sur la contrainte interne du nitrure.

Variation des contraintes en fonction des paramètres du dépôt

La figure 3.1.2 présente le bilan des études menées dans la salle blanche de

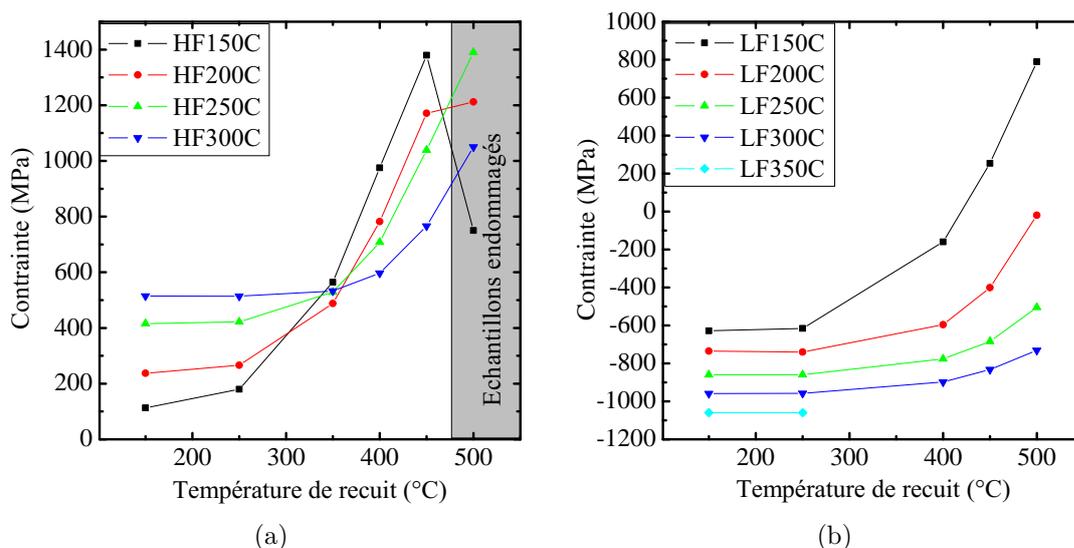


FIGURE 3.1.2: Contraintes accessibles par dépôt PECVD dans la salle blanche de l'IEF, en fonction des températures de dépôt et de recuit, pour les dépôts haute fréquence (a) et basse fréquence (b). Sans recuit, la contrainte est identique à celle à 150°C de température de recuit. Données *Sylvain David*

l'IEF par Sylvain David sur les contraintes dans les couches de nitrures accessibles

par notre PECVD. Les contraintes en tension sont positives et celles en compression sont négatives. Sur la figure 3.1.2 est représentée l'évolution des contraintes mesurées par la courbure des substrats en fonction de la température de recuit, pour les dépôts HFSiN en (a) et LFSiN en (b). Ces noms désignent respectivement les dépôts de nitrure PECVD à haute et basse fréquence d'oscillation du plasma. Différentes températures de substrat pendant le dépôt sont étudiées. Augmenter la température du substrat permet d'augmenter la mobilité des espèces en surface et la désorption de l'hydrogène. On constate tout d'abord la grande plage de contrainte accessible sans recuit : un dépôt HFSiN à 300°C contient une contrainte en tension de plus de 500 MPa, là où un dépôt à 350°C de LFSiN contient une contrainte en compression à plus de 1 GPa. Sur les deux graphiques, on constate qu'une diminution de la température de dépôt diminue l'amplitude de la contrainte, qu'elle soit en tension ou en compression. Ainsi, le dépôt le plus en tension est à 300°C, et le plus en compression à 350°C. On peut voir ensuite que très logiquement un recuit à une température inférieure à la température de dépôt ne change pas la contrainte interne du film. En montant la température de recuit, la désorption de l'hydrogène entraîne une évolution vers les contraintes positives : les contraintes en tension sont augmentées, et les contraintes en compression diminuent d'amplitude pour ensuite être inversées. Déposé à la surface du germanium, un dépôt de nitrure en compression introduit une tension en se dilatant, et un dépôt en tension introduit une compression en se contractant. Notre objectif, comme nous l'avons vu au chapitre 1, est la mise en tension du germanium. Bien que certaines géométries complexes permettent d'exploiter du nitrure en tension, utiliser les nitrures en compression se révèle technologiquement plus aisé, et notre étude se concentre donc sur les dépôts LFSiN, en compression, pour l'application de contraintes. De ce fait, l'utilisation de recuits, qui ne peut introduire que de la tension dans le film, devient contre-productive.

Nous avons jusqu'ici évoqué l'influence de la fréquence, de la température et du recuit. D'autres paramètres influent sur le dépôt, à commencer par la puissance du plasma et les pressions des gaz. Augmenter la puissance du plasma permet d'accroître les dissociations et d'augmenter la proportion d'espèces réactives. Diminuer la pression des réactifs permet de diminuer la quantité d'espèces. Cela permet de diminuer la cinétique des réactions chimiques en surface. La vitesse de dépôt due au bombardement est moins impactée et ainsi, diminuer la pression augmente la proportion d'espèces bombardées dans le dépôt.

Le tableau 3.1(a) présente les contraintes des dépôts où seule la puissance du plasma varie. On observe une augmentation de la contrainte dans la couche quand la puissance est diminuée. Toutefois, une puissance importante est requise pour l'installation du plasma. Une valeur inférieure à 20 W cause une instabilité du plasma, et on observe alors un clignotement dans la chambre. Nous avons donc

puissance (W)	contrainte (MPa)	indice optique
20	-1050	1.98
35	-1000	2.04
60	-850	-

(a) Caractéristiques des dépôts en faisant évoluer la puissance

pression	épaisseur	e/min pour p=1	indice	temps de dépôt	σ (GPa)
160 mTorr	240 nm	19.2	1.9	12 min 30 s	-1.7
300 mTorr	400 nm	18.18	1.94	11 min	-1.32
550 mTorr	600 nm	18.18	1.96	11 min	-0.86

(b) Caractéristiques des dépôts en faisant évoluer la pression

TABLE 3.1: Contraintes mesurées dans la couche en fonction de la pression des gaz dans la chambre et de la puissance du plasma. Les contraintes sont mesurées à partir de la courbure des substrats.

conservé 20 W comme limite inférieure pour la puissance du plasma dans la chambre. En plus de l'augmentation de contrainte observée, une diminution de la puissance plasma présente un intérêt pour l'état du germanium. Pendant l'amorce du dépôt, le bombardement dû à l'accélération des réactifs détériore la surface. Utiliser un dépôt basse puissance permet de diminuer cet effet[31]. Le tableau 3.1(b) présente l'étude de l'influence d'un autre paramètre du dépôt, la pression totale dans la chambre. L'augmentation de la pression dans la chambre engendre une diminution des contraintes en compression dans la couche. La pression doit donc être minimisée.

Épaisseur critique

Cette étude de l'influence des différents paramètres nous a permis d'augmenter considérablement les contraintes dans nos dépôts. Le nitrure a cependant une résilience limitée. Une épaisseur critique, semblable à celle étudiée au chapitre 2 pour le germanium, apparaît lorsque l'épaisseur augmente. L'effet de la relaxation dans le cas du nitrure est en revanche nettement plus visible. La figure 3.1.3 (a) montre une image au microscope optique de structures détériorées en Ge sur GaAs recouvertes de 500 nm de nitrure.

Le fond visible en vert correspond à une zone de GaAs. Les traits diagonaux d'apparence rosée sont des guides de Ge sous gravés où le plus large fait 9 μm . Les traits noirs sont des restes de guides de petite taille partis à la gravure. L'oscillation et les fissures apparaissant au centre correspondent au nitrure craqué. La régularité de la relaxation démontre l'homogénéité du dépôt. Pour la figure 3.1.3 (a), c'est

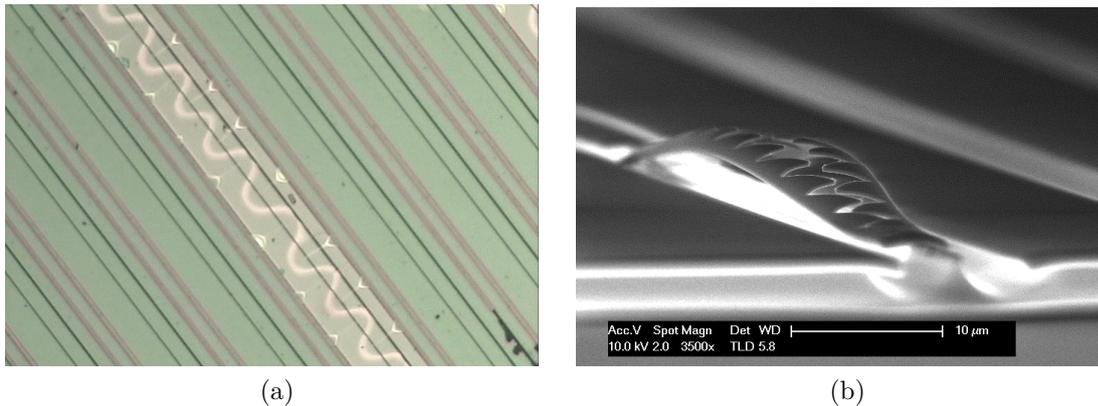


FIGURE 3.1.3: (a) Image au microscope optique de structures détériorées en Ge sur GaAs recouvertes de nitrure. Le fond visible en vert correspond à une zone de GaAs. Les traits diagonaux d'apparence rosée sont des guides de Ge sous gravés. Le plus large fait $9 \mu\text{m}$. Les traits noirs correspondent aux pieds de GaAs des guides de Ge de petite taille ayant été éliminé à la gravure. (b) Image au microscope électronique à balayage d'un dépôt de nitrure LFSiN de 166 nm sur des guides ridges de 300 nm de Ge.

l'adhérence limitée du nitrure sur le GaAs qui est en cause. Sur toute la zone craquée, on observe une légère différence de couleur que nous attribuons à un décollement à l'interface entre le nitrure et le GaAs. Les contraintes élevées au niveau de l'interface SiN/GaAs en sont l'origine. Les contraintes en compression ont alors causé l'extension puis la rupture du film jusqu'alors maintenu par son adhérence sur le GaAs.

La figure 3.1.3 (b) montre une image au microscope électronique à balayage d'un autre dépôt de nitrure LFSiN particulièrement contraint de 170 nm sur des guides de germanium de 300 nm d'épaisseur. Notre intérêt pour ces guides sera détaillé à la section 3.3. La contrainte en compression élevée a ici arraché le germanium de son pied de GaAs, trop fin. Par rapport à l'image 3.1.3 (a) où la rupture s'effectuait de manière sinusoïdale, on remarque ici une rupture plus en dents de scie. Alors que le nitrure est seul fracturé à l'image précédente, ici la fracture du nitrure se fait simultanément de celle du germanium. La fracture se fait donc préférentiellement suivant les directions cristallines fragiles, les directions de clivage, ici à 45° par rapport à l'orientation des guides.

L'une des caractéristiques de ces dépôts est donc l'existence d'une épaisseur critique, liée à une trop grande accumulation de contraintes dans le nitrure ou au niveau des interfaces, pouvant causer la rupture des matériaux. Cette épaisseur

critique est généralement inférieure au micron, et diminue lorsque la contrainte augmente. L'épaisseur que nous pouvons déposer est donc limitée. Par conséquent, nous devons adapter le germanium pour que cette faible épaisseur de nitrure puisse appliquer une déformation.

3.2 Transfert de contrainte d'un dépôt de nitrure à un substrat de germanium

Nous présentons ici des simulations de l'application de la déformation dans le germanium par un dépôt de nitrure. L'objectif est d'étudier la déformation induite dans le germanium pour un jeu de paramètres du nitrure fixés, en ne faisant varier que les épaisseurs. Ceci permet de mieux comprendre le principe du transfert de contrainte, la relaxation partielle du nitrure, l'apparition du cintrage et la nécessité d'avoir des épaisseurs de nitrure et de germanium du même ordre.

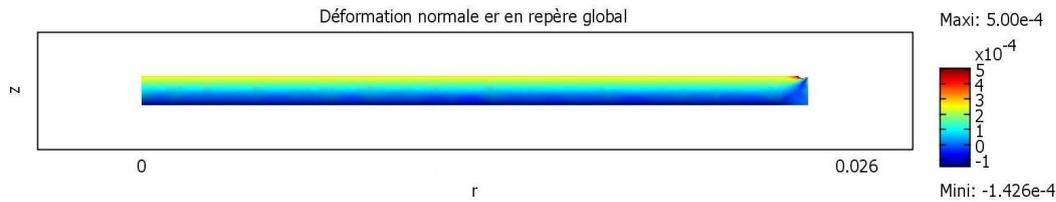
Le processus de déformation s'appuie sur la théorie de l'élasticité linéaire introduite au 1.2.1. Dans l'objectif d'introduire du gain dans le germanium, il nous importe de maximiser la contrainte, pour obtenir la somme $\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}$ la plus élevée possible (cf relations 1.2.7 et 1.2.8 page 16). Il y a interdépendance des termes de déformation dans les trois directions de l'espace. Par ailleurs, à la différence des cas présentés au 1.2.1, la contrainte ici n'est pas une constante. Le nitrure perd ses contraintes à mesure que la dilatation du germanium lui permet de relaxer.

L'évaluation de ce système en chaque point du nitrure et du germanium nécessite l'utilisation de méthodes numériques de simulations par éléments finis. On utilise pour cela un logiciel du commerce, Comsol Multiphysics, aux très larges possibilités de modélisation (électrique, thermique, fluide, acoustique, mécanique...). Les paramètres nécessaires à la simulation sont la géométrie de la structure, le module d'Young dans chaque direction, la contrainte, le coefficient de dilatation thermique et la densité. À l'exception de la contrainte en surface, les paramètres mécaniques du nitrure en simulation ne sont pas déterminés mais extraits de la littérature. Ces paramètres ont une grande variabilité et la déformation calculée n'est donc pas exacte. Cela est cependant sans importance, l'étude qui suit n'ayant pas vocation à mesurer la déformation mais à déterminer la tendance dans l'évolution de la déformation, en faisant varier les épaisseurs.

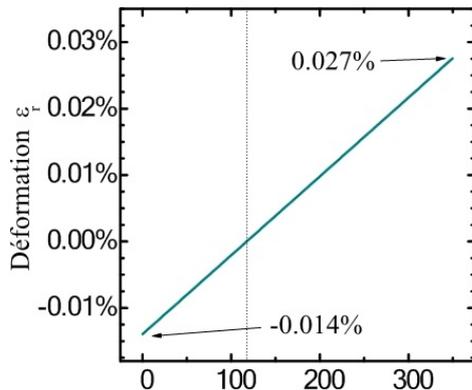
Plusieurs hypothèses sont prises pour notre modélisation. Tout d'abord, nous ne traitons que le cas de l'élasticité linéaire. Nous considérons que nous restons dans un régime élastique pour tous les matériaux considérés. La vérification de la validité de cette hypothèse se fera expérimentalement, si l'on peut constater un retour à l'état initial après retrait de la déformation.

Autre hypothèse, nous prenons des contraintes et un module d'Young constant dans tout le nitrure, indépendamment de l'orientation et de l'épaisseur. Nous négligeons également la légère anisotropie du module d'Young du germanium. Bien qu'en tenir compte ne rajoute que peu de complexité à la simulation, la différence de résultat, de quelques pourcents, est au delà de la précision escomptée vu notre connaissance des caractéristiques mécaniques du dépôt.

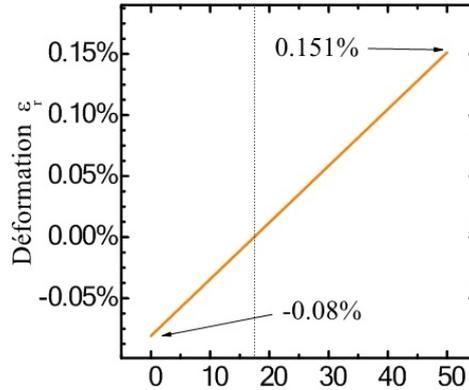
Simulation de la déformation



- (a) Simulation axisymétrique de la déformation ε_r obtenue sur une tranche radiale d'un substrat deux pouces de germanium. Un dépôt de $5 \mu\text{m}$ de nitrure contraint en compression à 1 GPa est à la surface. Mis à part à la proximité des bords, le profil de la déformation dans l'épaisseur est identique sur tout le rayon.



Ordonnée dans l'épaisseur du substrat (μm)



Ordonnée dans la couche de germanium (μm)

- (b) Profil de déformation dans l'épaisseur extrait de la figure 3.2.1a. L'évaluation de la composante ε_φ de la déformation dans la même simulation donne un résultat rigoureusement identique. La ligne en pointillé sépare la zone en compression de la zone en tension. L'interface SiN-Ge est à droite, à $350 \mu\text{m}$.
- (c) Profil de déformation dans l'épaisseur obtenu par une simulation analogue, mais en prenant une épaisseur de germanium de $50 \mu\text{m}$. L'évaluation de la composante ε_φ de la déformation donne un résultat rigoureusement identique. La ligne en pointillé sépare la zone en compression de la zone en tension. L'interface SiN-Ge est à droite, à $50 \mu\text{m}$.

FIGURE 3.2.1: Simulations de déformation de substrats

La figure 3.2.1 (a) présente la déformation radiale obtenue par simulation axisymétrique d'un substrat entier de germanium de $350 \mu\text{m}$ sur lequel est déposé $5 \mu\text{m}$ de nitrure, valeur déjà trop élevée en pratique. La contrainte en compression attribuée au nitrure est une contrainte hydrostatique de -1 GPa . Le résultat montre une grande homogénéité suivant r , mis à part à proximité du bord du substrat. La composante angulaire de la déformation est presque identique et nous parlerons donc de la déformation dans le plan, sans distinguer les composantes.

La valeur crête de cette déformation dans le plan est de 0.027% (3.2.1 (b)), trop faible par rapport à notre objectif de 0.7% défini au chapitre 1. Bien que les contraintes puissent largement dépasser le giga-Pascal pris comme hypothèse pour cette simulation, la différence ne permet pas de compenser le facteur 20 manquant. Le rapport des volumes trop important entre la couche de nitrure et le substrat de germanium est à l'origine de la faible valeur de la déformation. Diminuer l'épaisseur du substrat permet d'augmenter la déformation (3.2.1 (c)). Ces simulations nous donnent par ailleurs accès à la contrainte résiduelle dans la couche de nitrure, nous montrant que seules 5% des contraintes initiales du nitrure ont relaxé. Nous devons donc amincir le germanium pour espérer obtenir une déformation conséquente.

Contrainte hydrostatique équivalente

Dans le cas théorique d'un dépôt à -1 GPa sur substrat indéformable, après simulation la valeur de la contrainte dans le plan σ_{\parallel} du nitrure est de -701 MPa . La diminution de la contrainte par rapport aux -1000 MPa initiaux, sans possibilité de déformation dans le plan, s'explique par la liberté de déformation verticale de la couche de nitrure elle-même. En effet, la déformation suivant z de la couche de nitrure est possible. La couche va donc ici relaxer pour atteindre une contrainte nulle suivant z . Cette diminution des contraintes en compression suivant z s'accompagne d'une apparition de contrainte en tension suivant r et φ qui vient s'ajouter à la contrainte en compression existante, suivant le principe de superposition en élasticité linéaire. Le résultat est une contrainte biaxiale, de -0.7 GPa dans le cas d'un substrat indéformable. Lorsque l'on mesure la contrainte par la courbure introduite par un dépôt sur un substrat, la contrainte indiquée est une mesure biaxiale après relaxation suivant z . A cette mesure de contrainte biaxiale correspond une contrainte hydrostatique théorique que nous utiliserons pour simuler les géométries de dépôt non planaire. Le rapport entre contrainte biaxiale mesurée par la courbure et contrainte hydrostatique équivalente est constant, indépendant de la valeur de la contrainte, et vaut 1.42 .

Évolution de la déformation en fonction du rapport des épaisseurs.

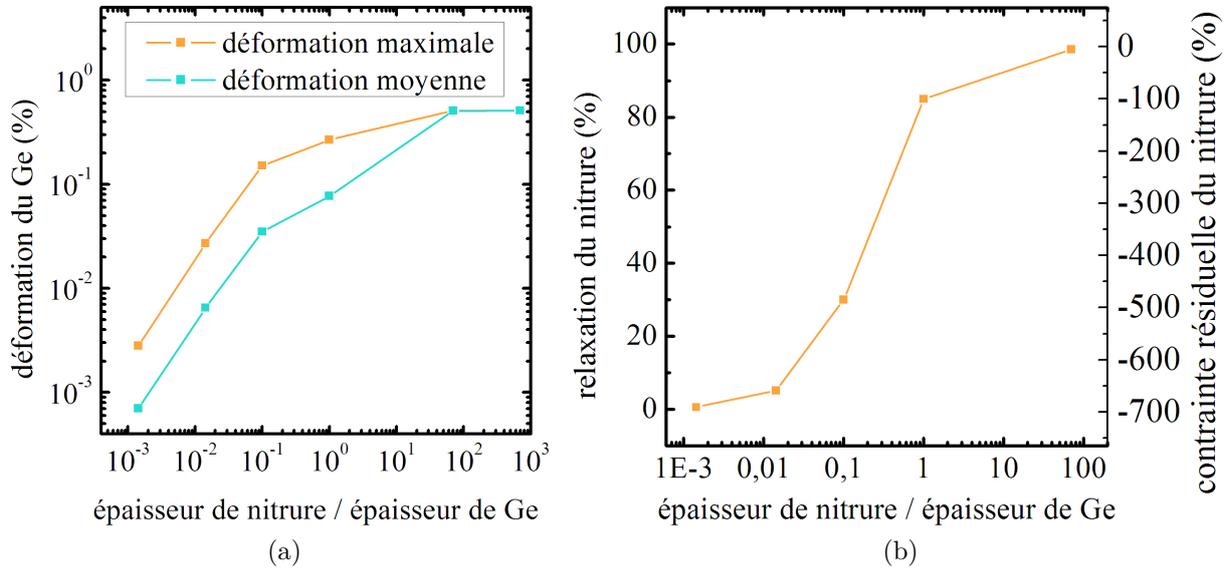


FIGURE 3.2.2: (a) Déformations simulées du germanium en fonction du rapport des épaisseurs de nitrure et de germanium. (b) Taux de relaxation des contraintes et contraintes résiduelles du nitrure en fonction du rapport des épaisseurs de nitrure et de germanium.

La figure 3.2.2(a) présente la comparaison des déformations moyennes et maximale en fonction du rapport des épaisseurs, $e_{\text{nitrure}}/e_{\text{germanium}}$. On observe une augmentation progressive de la déformation induite, suivie d'une saturation. Cette saturation de la déformation induite s'explique à la figure (b) où l'on observe le taux de relaxation du nitrure. Quand le rapport des épaisseurs devient supérieur à 10, les contraintes résiduelles dans le nitrure sont de moins de 5%. Dans la mesure du possible, le rapport des épaisseurs de nitrure sur germanium devra être maximisé, mais on constate qu'un rapport de un pour un nous amène à 0.25% de déformation dans le germanium. Si $5 \mu\text{m}$ de nitrure contraint en compression est difficilement réalisable sans que la couche relaxe en se déchirant, une couche de $0.5 \mu\text{m}$ est en revanche réaliste. Pour obtenir des déformation de l'ordre de 0.25%, du même ordre de grandeur que celle obtenue par désaccord de coefficient de dilatation thermique, l'ordre de grandeur de l'épaisseur de germanium doit donc être elle aussi de 500 nm . Pour la plupart des ratios d'épaisseurs, la valeur moyenne est quatre fois plus faible que la valeur crête en raison d'un cintrage de la structure. Conséquence de l'apparition de cette courbure, une partie du substrat se trouve

mis en compression.

Optimisation pour une déformation strictement positive

Sur la figure 3.2.2 (a), un rapport entre épaisseur de nitrure et de germanium de 10^{-1} donne une déformation maximale plus élevée que la déformation moyenne pour un rapport de un. Les figures 3.2.3 (a) et 3.2.3 (b), présentent deux profils de déformation dans l'épaisseur pour des simulations correspondant à ces rapports d'épaisseur.

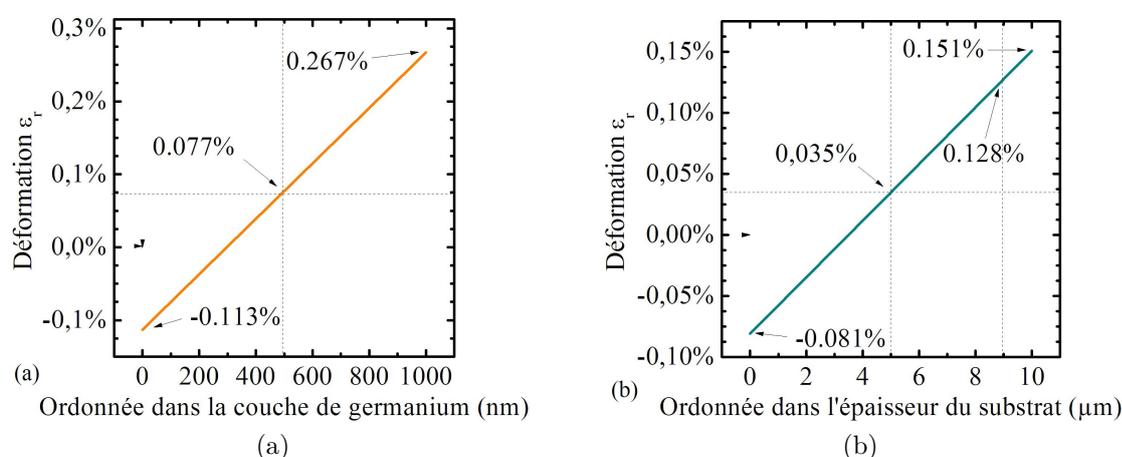


FIGURE 3.2.3: (a) Profil de déformation dans l'épaisseur extrait d'une simulation de 1 μm de nitrure sur 1 μm de Ge. La ligne en pointillé marque la valeur moyenne. (b) Profil de déformation dans l'épaisseur obtenu par une simulation analogue, mais en prenant une épaisseur de germanium de 10 μm . Les lignes en pointillé marquent la valeur moyenne et la limite des 1 μm en surface.

Bien que la déformation moyenne y soit très inférieure, la figure 3.2.3 (b) montre que la configuration à un pour dix présente un avantage sur le premier micron : elle permet d'avoir une déformation toujours positive sur 1 μm d'épaisseur. La valeur à 1 μm de l'interface est 0,128%. La zone en compression de la figure 3.2.3 (a) est une zone où l'absorption porteur libre introduit des pertes, et le bilan gain perte n'est pas nécessairement favorable.

Il peut donc être intéressant de déformer plus de matériaux. Cette approche n'est toutefois intéressante que dans le cas où il serait possible de confiner la lumière dans le premier micron. En effet, si le mode guidé s'étale sur les 10 μm d'épaisseur

de germanium, la valeur moyenne de la déformation dans le milieu de propagation est alors de 0.035% et le bilan est alors moins bon que dans le cas d'un rapport un pour un.

3.3 Guides de germanium sur GaAs

Obtenir un milieu à gain n'est que la première étape pour un effet laser. Une cavité résonante doit être conçue pour permettre un confinement du champ. Deux types de cavités ont été étudiées. Les premières sont les guides ridges, c'est à dire des cavités Fabry-Pérot reposant sur un substrat. Les secondes sont des microdisques. Nous avons conclu de la section 3.2 que la déformation par dépôt de nitrure est d'autant plus efficace que le volume de germanium à déformer est faible. La conception de cavité de faible dimensions est donc adaptée à ce type de déformation. La première étape consiste alors à concevoir des couches minces, dans l'idéal en germanium sur silicium, permettant un bon confinement vertical du mode. La conception de structures sur un substrat de germanium est également possible, mais complexifie la fabrication et diminue le confinement. Une émission laser demande par ailleurs une très grande qualité cristalline. La croissance d'un germanium de qualité sur silicium restant difficile, le choix a été fait de séparer le problème de la compatibilité pour le reporter à un horizon plus lointain. Nous avons alors pris le parti d'une croissance sur GaAs.

3.3.1 Conception des couches minces de germanium sur substrat III-V

La croissance du germanium sur GaAs tel qu'effectuée par le LPN donne un cristal d'une très bonne qualité optique. Contrairement au silicium, à température ambiante le GaAs a un paramètre de maille très voisin de celui du germanium : 0.56533 nm pour le GaAs et 0.56579 nm pour le germanium. La déformation théoriquement induite dans le germanium par ce désaccord de maille est de -0.076%, confirmée aux rayons X. Le faible écart entre ces deux paramètres cristallins permet une croissance en accord de maille qui contribue à la bonne qualité de la couche de germanium. Les paramètres cristallins mesurés pour le germanium sont dans le plan de la couche 0.56536 nm et perpendiculairement 0.56606 nm. On retrouve par les formules introduites au 2.3.2 page 44 une déformation dans la couche de 0.071% en compression. Les paramètres sont identiques suivant les azimut 0-180° et 90-270°, signifiant qu'il n'y a pas d'écart à la tétragonalité.

Une croissance sur GaAs présente un deuxième avantage du point de vue de la déformation. Le module d'Young du silicium est de 130 GPa. Le module d'Young du GaAs est de 83 GPa. En observant la loi de Hooke sur l'élasticité linéaire,

$\sigma = \varepsilon E$, on comprend qu'un plus faible module d'Young entraîne une plus grande déformation à contrainte égale. Autrement dit, pour une déformation voulue, les contraintes nécessaires seront moindres. Quelle que soit la géométrie, les structures à déformer comportent un pied composé du matériau du substrat, qui devra suivre la déformation du germanium. Choisir un matériau à plus faible module d'Young limite la résistance opposée par le substrat.

L'épitaxie des couches minces de germanium sur substrat de GaAs s'effectue dans un bâti MOCVD à partir d'isobutyl-germane (IBGe). Les conditions sont analogues aux croissances de Ge sur InGaAs décrites à la section 2.2 : épitaxie à 650°C à partir d'une source d'IBGe, maintien d'un flux d'AsH₃ au cours de la croissance pour éviter la désorption de l'arsenic du substrat et effectuer un dopage *in situ* du germanium. Le niveau de dopage mesuré par effet Hall est de $2.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Des mesures de résistivité 4 pointes indiquent un dopage un peu plus faible (entre $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ et $1.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$). Des couches de 300, 500 et 750 nm d'épaisseur ont été épitaxiées.

L'utilisation de couches minces de Ge, en plus de la diminution de la quantité de matériau à déformer, présente d'autres avantages :

- Tout d'abord, l'énergie de bande interdite du GaAs (1.42 eV), plus élevée que celle du Ge (0.66 eV en L, 0.8 eV en Γ) introduit une barrière de potentiel qui confine les porteurs dans la partie germanium de l'hétérojonction formée. Par rapport à un substrat de germanium, ce confinement des porteurs permettra d'obtenir des densités élevées pour la même puissance injectée.
- L'indice de réfraction du GaAs à 1600 nm est de 3.4. Celui du germanium à cette même longueur d'onde étant de 4.25[65], une croissance sur GaAs permet d'obtenir un contraste d'indice suffisant pour introduire un confinement du champ dans la couche de germanium.
- L'énergie de bande interdite élevée signifie également que le GaAs est transparent à l'émission du germanium. Un mode guidé dans une couche de germanium en surface s'étendant dans le GaAs ne sera pas absorbé.

Ces trois derniers avantages se retrouvent également, bien que dans une moindre mesure, lors d'une croissance sur silicium. D'autres matériaux pourraient se révéler plus adaptés que le GaAs. Nous avons notamment testé des croissances de germanium sur Al_{83%}Ga_{17%}As. Le composé III-V AlAs a un paramètre de maille de 0.56613 nm à température ambiante. La loi de Vegard page 42 nous donne alors pour une concentration en aluminium de 83% dans un alliage AlGaAs un accord de maille parfait entre l'alliage et le germanium à température ambiante. Par ailleurs, la structure de bande de l'AlGaAs présente les mêmes avantages que celles du GaAs : transparence sur la plage de longueur d'onde d'émission du germanium et une barrière de potentiel encore plus élevée à l'hétérojonction. De plus, l'indice de réfraction de cet alliage est de 3.1 autour de 1600 nm, plus faible que

celui du GaAs, donc garantissant un meilleur confinement dans le germanium. L' $\text{Al}_{83\%}\text{Ga}_{17\%}\text{As}$ présente donc quelques avantages par rapport au GaAs en tant que substrat, mais au prix d'une épitaxie et de gravures plus complexes.

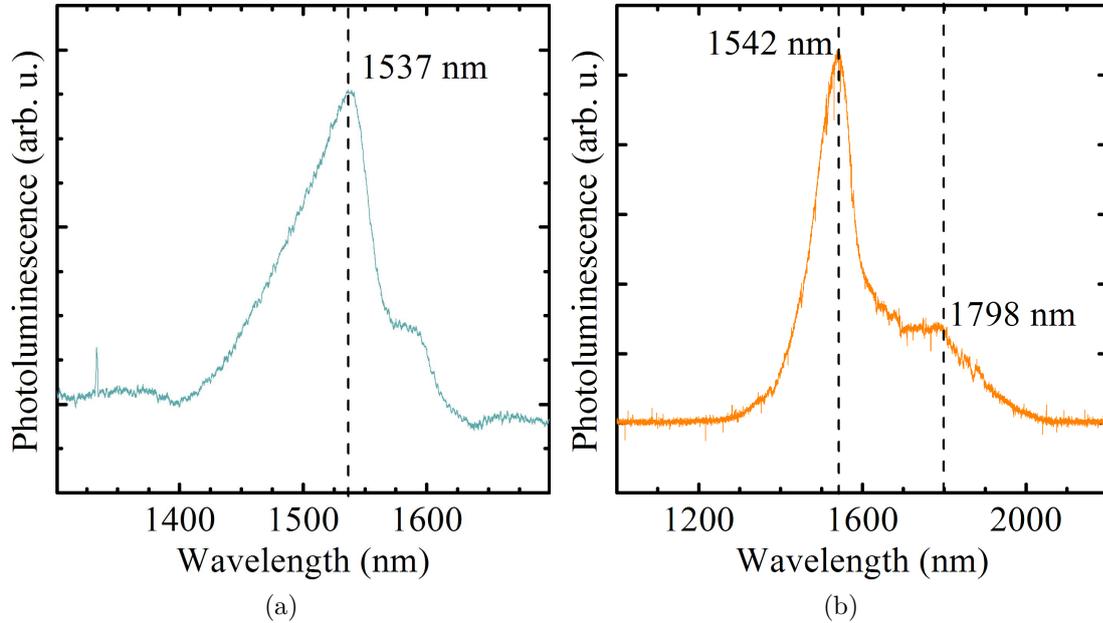
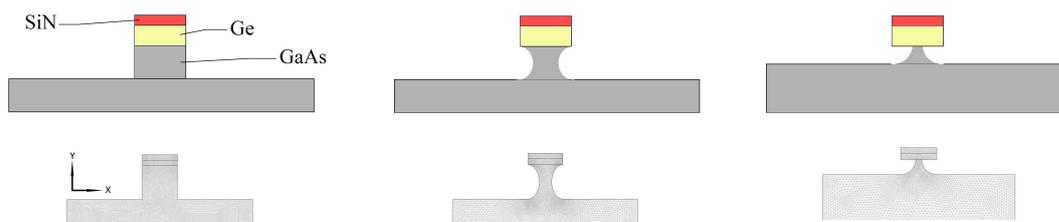


FIGURE 3.3.1: (a) Mesure de photoluminescence sur substrat de germanium de $350 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Le détecteur utilisé ne permet pas d'observer la photoluminescence en bande interdite indirecte. (b) Mesure de photoluminescence sur une couche de 500 nm de germanium épitaxiée sur GaAs.

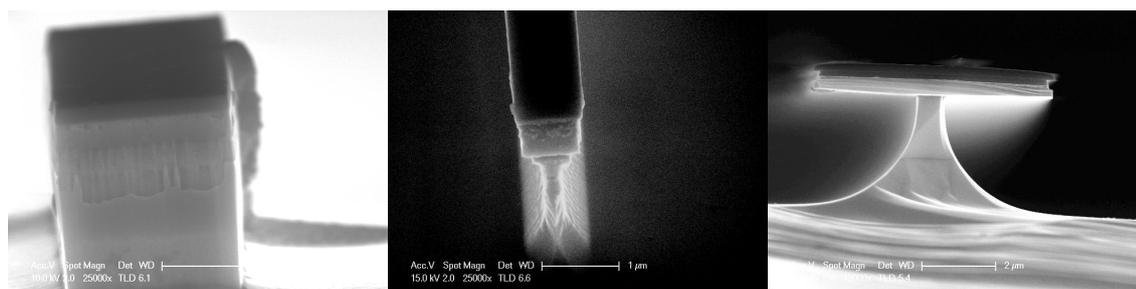
La figure 3.3.1 montre les spectres de photoluminescence d'un substrat de germanium (a) et d'une couche mince de germanium sur GaAs (b). La caractérisation optique de ces structures se fait à l'IEF à partir d'un dispositif de microphotoluminescence. Le dispositif est analogue à celui présenté à la figure 2.4.1 page 51. On observe le faible écart entre les longueurs d'ondes des deux maxima. La déformation résiduelle de -0.076% n'est pas seule responsable, les niveaux de dopage n'étant pas parfaitement identiques. L'intensité de luminescence des couches minces de germanium du LPN est la meilleure qu'il nous ait été donné d'observer. Elles sont d'une très bonne qualité optique. Toutes les structures que nous allons maintenant présenter sont conçues à partir de ces couches.

3.3.2 Les différentes structures étudiées

Comprenant maintenant l'effet du dépôt de nitrure sur le germanium, il nous faut adapter ce dépôt à une structure guidante, afin de permettre simultanément une déformation efficace et un guidage optique. Le dépôt de nitrure peut être effectué à la première ou à la dernière étape, introduisant une différence sur la géométrie finale. Les figures 3.3.2 et 3.3.3 regroupent les structures qu'il est possible de réaliser. Les guides choisis sont des structures ridges.



(a) Schéma des structures réalisées. Le nitrure est en rouge, le germanium en jaune et le GaAs en gris.



(b) Images au microscope électronique à balayage des structures réalisées.

FIGURE 3.3.2: Description des structures déformées par une couche de nitrure uniquement à la surface. De gauche à droite trois types de gravures du GaAs sont présentées : gravure plasma droite, gravure plasma incurvée et gravure chimique.

La figure 3.3.2 montre les structures réalisées après un dépôt de nitrure en première étape. Trois géométries en coupe ont été envisagées et réalisées, correspondant à trois types de gravure, en cherchant à maximiser la déformation. À gauche sur la figure, la gravure sèche verticale, parallèle aux flancs du guide de germanium. À droite sur la figure, la gravure chimique isotrope, sous-gravant totalement la structure et minimisant la quantité de matériau à déformer. Au milieu, une gravure intermédiaire incurvée, réalisée par gravure sèche. Les avantages de chaque gravure seront détaillés à la partie 3.3.4.

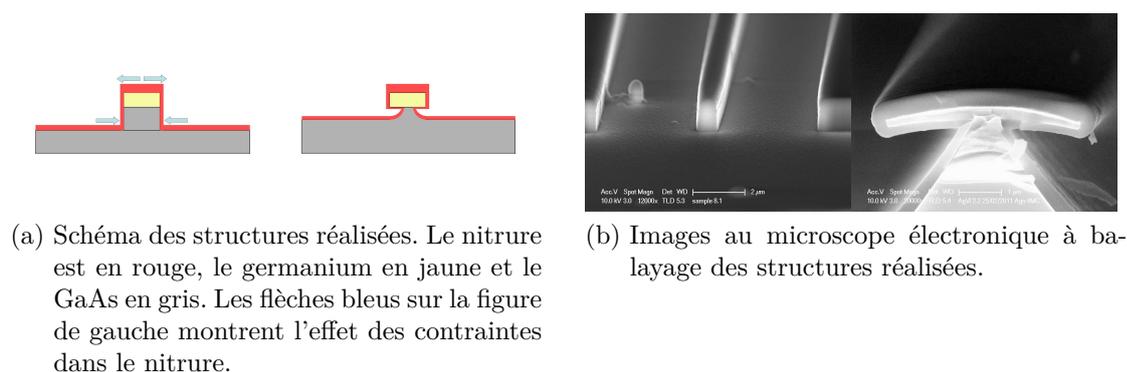


FIGURE 3.3.3: Description des structures déformées par une couche de nitrure déposée tout autour. À gauche la gravure plasma droite et à droite la gravure chimique.

La figure 3.3.3 montre les structures où le dépôt de nitrure est effectué à la fin. Les flèches sur le schéma 3.3.3 (a) à gauche montrent l'effet de la déformation sur la structure gravée par plasma. La contrainte en compression du nitrure le pousse à s'étendre. On obtient bien l'effet voulu en surface du germanium où l'extension du nitrure met le germanium en tension. Au pied de la structure en revanche, l'extension du nitrure provoque la compression de la structure. Cet effet n'apparaît pas lorsque le dépôt a lieu avant lithographie. À droite sur la figure est présentée la structure combinant gravure humide et dépôt après structuration. Cette structure maximise la surface de contact entre le nitrure déposé et le germanium, tout en minimisant le volume de matériau à déformer.

3.3.3 Fabrication

Le processus de fabrication des guides est présenté à la figure 3.3.4. Le procédé se divise en deux branches, suivant la présence ou non d'un dépôt de nitrure pleine plaque au début de la fabrication. En dehors de ce dépôt, les étapes technologiques entre les deux branches sont identiques.

Dépôt PECVD : Les paramètres de dépôt ont fait l'objet de nombreuses optimisations tout au long de ma thèse. Il est le même qu'il soit effectué avant ou après structuration. Les paramètres actuellement retenus sont les suivants : croissance LFSiN à 300°C, SiH₄ (à 4%) 2000 sccm, NH₃ 20 sccm, H₂ 1900 sccm. Puissance 20 W. Pression 160 mTorr. Épaisseur 250 nm.

Enrésinement : La très grande majorité des structures a été réalisée en résine négative. Nous avons principalement utilisé la ma-N 2403 en une couche de 300 nm. Certains échantillons ont également été réalisés en ZEP520a, lorsque confrontés à

des problèmes de raccords de champ, mais au prix de difficultés liées à la sélectivité lors de la gravure du nitrure.

Lithographie : Les essais en lithographie optique n'ont pas donné de résultats satisfaisants. Nous avons donc opté pour une lithographie électronique au Raith 150. Dans le cas de la ma-N, la dose utilisée est de l'ordre de $100\mu\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$, et la révélation se fait au MIF726 pendant 45 s.

Gravure du nitrure : Gravure RIE STS à partir de CF_4 et C_4F_8 .

Gravure du Ge : les meilleurs résultats sont obtenus par gravure ICP silicium à l'ambiante, à partir de C_4F_8 (250 sccm) et de SF_6 (200 sccm)

Gravure du GaAs : trois méthodes de gravure du GaAs ont été testées :

- des gravures sèches bombées à l'ICP chlorée à partir de 20 sccm de BCl_3 et de 2 sccm de Cl_2 . Ce type de gravure a été utilisé pour les structures étudiées au chapitre 4.
- des gravures sèches droites à l'ICP chlorée à partir de 30 sccm de BCl_3 et de 2 sccm de Cl_2 , sous une pression de 20 mTorr.
- des gravures humides : à l'acide citrique, dans une solution composée de 120 mg d'acide citrique mono-hydraté, de 120 mL d'eau et de 40 mL d'eau oxygénée à 50°C en agitation.

3.3.4 Simulations par éléments finis du comportement des structures

Nous présentons dans cette partie les simulations COMSOL effectuées pour optimiser la déformation appliquée et étudier les avantages respectifs des différentes géométries.

Confinement du champ dans les structures

La figure 3.3.5 montre le confinement évalué sous COMSOL à la longueur d'onde 1600 nm lorsque la structuration est à deux dimensions. Les structures simulées sont des ridges de germanium sur GaAs gravés droit, de $3\mu\text{m}$ de large avec 500 nm de Si_3N_4 déposés à la surface au préalable. Les épaisseurs de germanium considérées varient de 150 à 500 nm. Plusieurs modes peuvent coexister dès que l'épaisseur de germanium dépasse les 200 nm d'épaisseur (non présenté). Le recouvrement entre le champ et la section de germanium est indiqué en pourcentage sous les figures. L'évolution en fonction de l'épaisseur de Ge est très semblable au cas des structures 1D de la figure 2.5.3 (b).

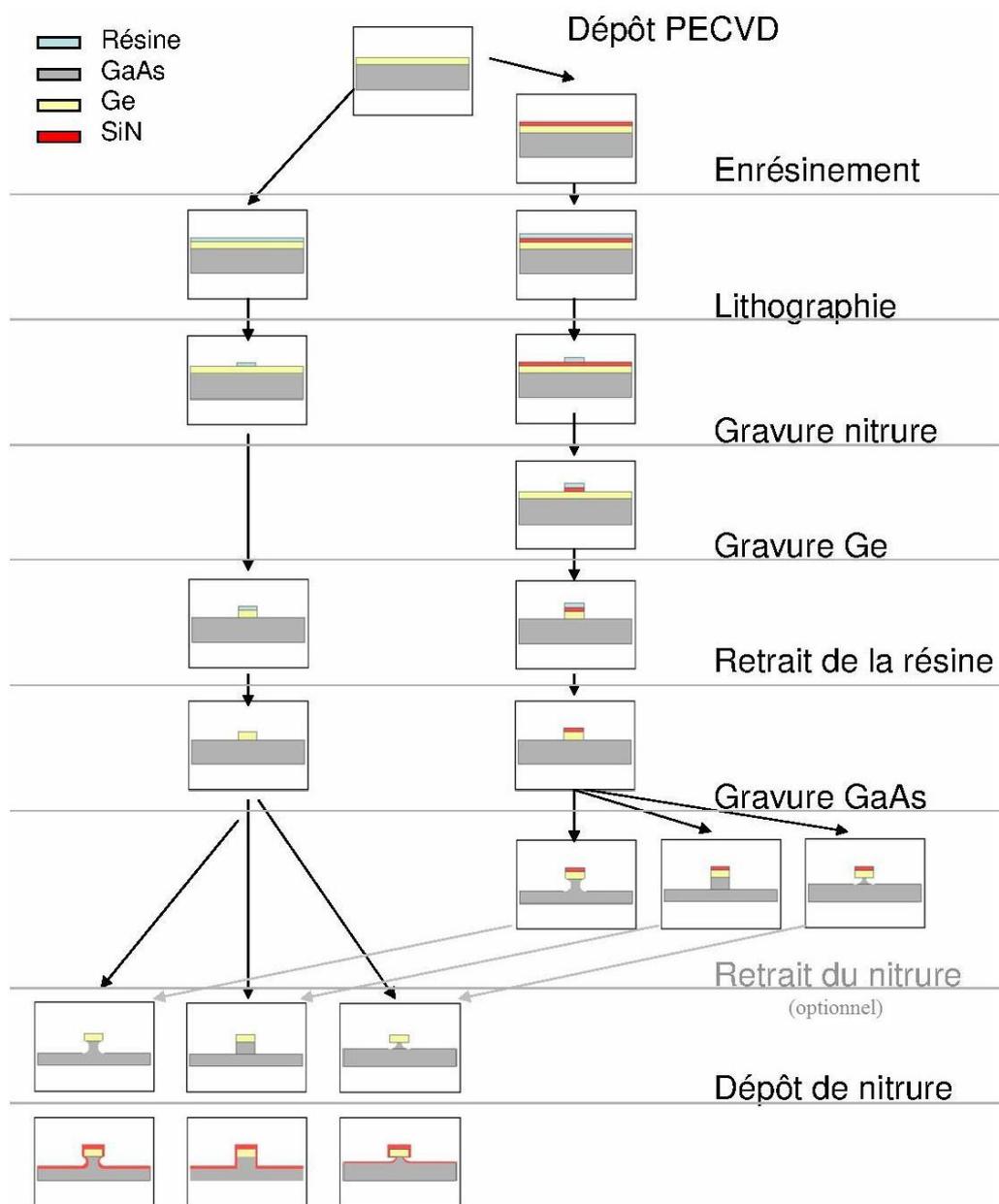


FIGURE 3.3.4: Étapes de fabrication des différents types de guides réalisés à partir de substrats de germanium sur arséniure de gallium. Deux procédés de fabrication sont à distinguer, suivant l'étape à laquelle est déposé le nitrure.

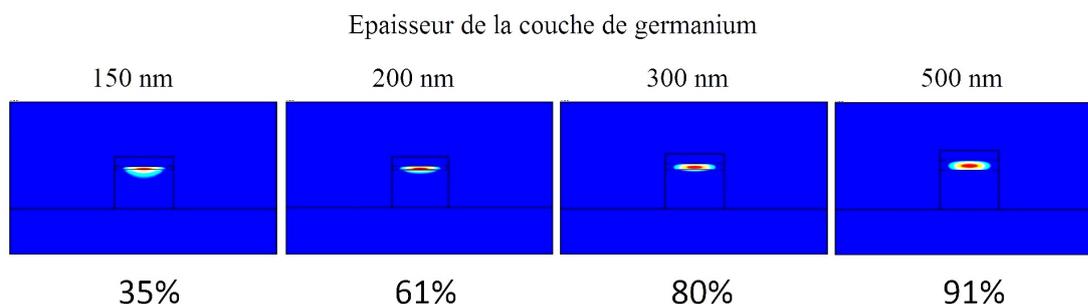


FIGURE 3.3.5: Localisation de l'énergie électromagnétique du mode fondamental à 1600 nm pour différentes épaisseurs de germanium. La structure est une section de guide gravé droit. Elle est composée de haut en bas de nitrure, de germanium, de GaAs, sur un substrat de GaAs. Les pourcentages indiqués sont les proportions du champ total localisé dans le germanium.

Déformation uniaxiale

La première différence à noter entre ce type de structure et les déformations de substrats présentées auparavant est qu'il s'agit d'une déformation uniaxiale. En effet dans le sens de la longueur, une élongation des structures suppose une élongation du substrat sur lequel elles reposent. Pour clarifier nos propos, prenons l'exemple d'un dépôt pleine plaque comme à la section 3.2. Un dépôt de 500 nm sur un substrat non aminci induit un rapport entre les épaisseurs de nitrure et de germanium de 700. La déformation est dans ce cas très faible (3×10^{-5}). Dans les cas des structures ici décrites, la couverture de la surface par le nitrure est partielle, d'une valeur correspondant à la densité des structures sur la surface. Sur nos échantillons, cette densité est inférieure à $1/10$. Comme la surface exerçant la contrainte est 10 fois plus faible, la déformation à laquelle nous pouvons nous attendre est également 10 fois plus faible, de l'ordre de 3×10^{-6} , et nous considérerons donc toujours comme nulle la déformation dans la longueur des guides.

Influence du type de gravure

Le profil des structures obtenues par gravure du GaAs va influencer sur la déformation dans le germanium. Les substrats de Ge sur GaAs à partir desquels sont conçus nos échantillons permettent d'obtenir des épaisseurs relatives de Ge et de nitrure de l'ordre de un pour un. En revanche, ces structures nécessitent un pied d'attache au substrat dans leur fabrication, tel que décrit dans les figures 3.3.2 et 3.3.3. Le pied de GaAs restant est un volume de matériau supplémentaire résistant à la déformation. La figure 3.3.6 montre la simulation par éléments finis de la dé-

formation des structures où le nitrure est déposé en début de fabrication. De (a) à (c) sont représentés les gravures plasma droite, plasma incurvée et chimique. Pour chaque gravure, le schéma de la section de la structure, le maillage, et la somme de la déformation horizontale et de la déformation verticale est présenté. Rappelons que la déformation perpendiculaire à la section des guides est nulle. Les sections de nitrure et de germanium ont toutes les mêmes dimensions, $0.5 \times 3\mu m$. Les modules d'Young sont 100 GPa pour le SiN et 103 GPa pour le Ge. La contrainte du nitrure est de -1 GPa. Une fois encore, cette valeur de contrainte ne correspond pas à une valeur réelle. Il s'agit ici de comparer l'efficacité des différentes géométries, et non de déterminer la déformation réelle dans le germanium. Seule la forme du pied de GaAs varie entre les trois simulations.

Le graphique de la somme des déformations montre un comportement très différent pour les trois structures. Du point de vue des amplitudes, la déformation maximale est atteinte pour la gravure ICP incurvée, avec 0.35% de déformation. Elle est suivie par la gravure humide, à 0.31%, et la gravure droite, à 0.2%. À l'origine de cette forte différence, on trouve d'une part la différence de volume de matériau à déformer, le pied étant de plus en plus fin de haut en bas, mais aussi la présence d'un cintrage pour les structures les plus sous-gravées : en lisant les trois graphiques de haut en bas, on observe un recul de la zone de forte déformation, représentée en rouge sur ces figures, laissant place à une zone de déformation plus faible ou en compression. Les figures ne sont pas aux même échelles, et ce n'est donc pas que la déformation diminue. Ce que l'on observe est l'augmentation du gradient de déformation dans l'épaisseur. On observe également un étalement progressif de la zone rouge sombre de forte déformation, et la déformation à la surface près des bords des structures est meilleure pour les structures sous-gravées. Globalement, augmenter la sous-gravure permet donc une tension plus importante à la surface, mais diminue le volume en tension.

La gravure chimique libère le germanium du substrat de GaAs et ainsi maximise le cintrage. Pourtant, la déformation maximale n'est que de 0.31%, légèrement inférieure à la gravure sèche incurvée. Lorsque le dépôt est effectué en première étape, la gravure chimique ne présente donc pas d'avantage vis-à-vis des autres gravures.

Entre les deux autres structures, le volume en tension est sensiblement identique, alors que la déformation atteinte est nettement plus élevée par la gravure ICP. C'est donc vers celles-ci que nous nous orienterons lorsque le dépôt est effectué en première étape. Des structures de ce type seront étudiées au chapitre 4.

Influence de l'épaisseur de nitrure

L'influence des épaisseurs relatives, étudiée dans le cas d'un substrat à la section 3.2, montre un comportement équivalent sur du germanium structuré observable

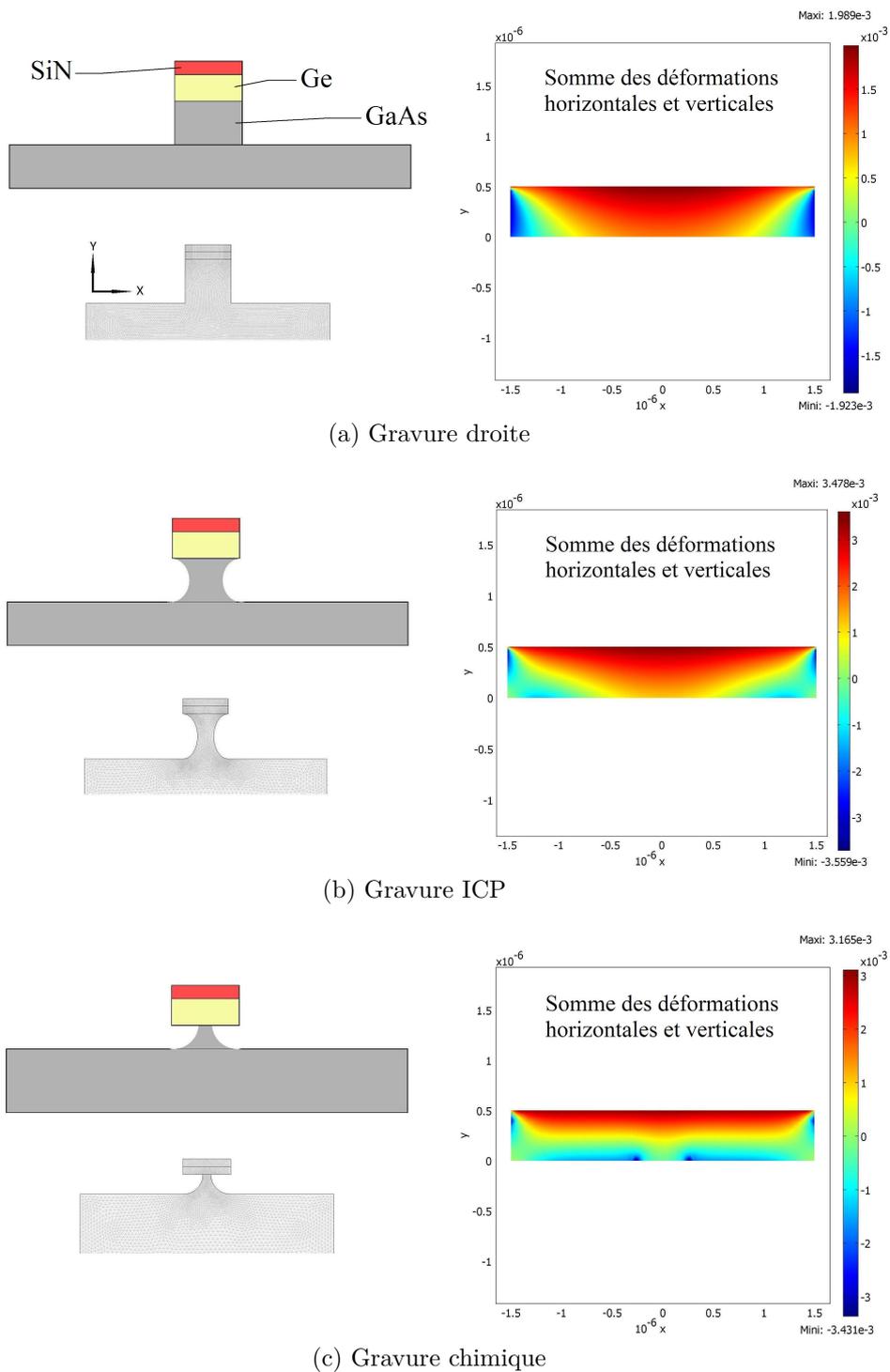


FIGURE 3.3.6: Simulations COMSOL des profils de déformation comparés pour les différents types de gravures dans le cas où le nitrure est déposé en première étape de fabrication. Pour chaque gravure est présenté le schéma des structures, le maillage sous COMSOL et la somme des déformations horizontales et verticales. Les échelles sont différentes sur les trois graphiques.

à la figure 3.3.7. D'une manière assez contre-intuitive, augmenter l'épaisseur in-

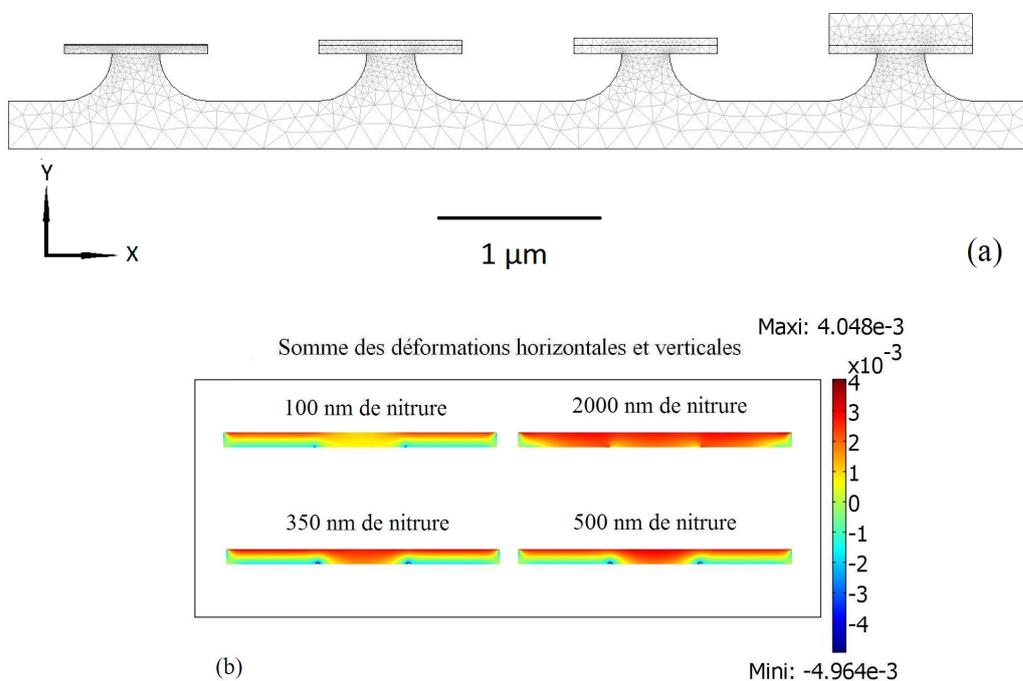


FIGURE 3.3.7: (a) Structures en Ge sur GaAs modélisées, l'épaisseur de nitrure est de gauche à droite de 100, 350, 500 et 2000 nm. (b) Vue en coupe de la déformation dans le germanium. Sur les quatre structures, les paramètres des matériaux sont identiques, seule l'épaisseur est progressivement augmentée. Les quatre coupes présentées montrent suivant x une augmentation progressive de l'uniformité de la déformation.

flue peu sur la déformation maximale obtenue, mais diminue progressivement le cintrage au profit d'une déformation plus homogène. Pour des valeurs comprises entre 100 et 500 nm de nitrure, un cintrage est présent dans la structure. Ce n'est que pour une épaisseur de nitrure de $2 \mu\text{m}$, technologiquement irréalisable, que le cintrage devient négligeable. La valeur maximale évolue peu entre 100 nm et $2 \mu\text{m}$. Par l'utilisation de pré-dépôt sur des structures sous-gravées, la simulation prévoit donc des déformations maximales élevées, même pour de faibles épaisseurs de nitrure, mais au prix d'une proportion de compression dans le germanium.

Comparaison pré-dépôt et dépôt conforme

Nous n'avons jusqu'ici pas abordé les structures où le nitrure est déposé en fin de fabrication, introduites à la section 3.3.2. Une gravure adaptée est alors la gravure chimique. On peut, pour le montrer, comparer à même épaisseur l'efficacité d'un dépôt préalable et d'un dépôt final. La figure 3.3.8 présente la simulation de structures de neuf microns de large gravées chimiquement, et compare les déformations dans le cas d'un pré-dépôt et dans le cas d'un dépôt après structuration. Le

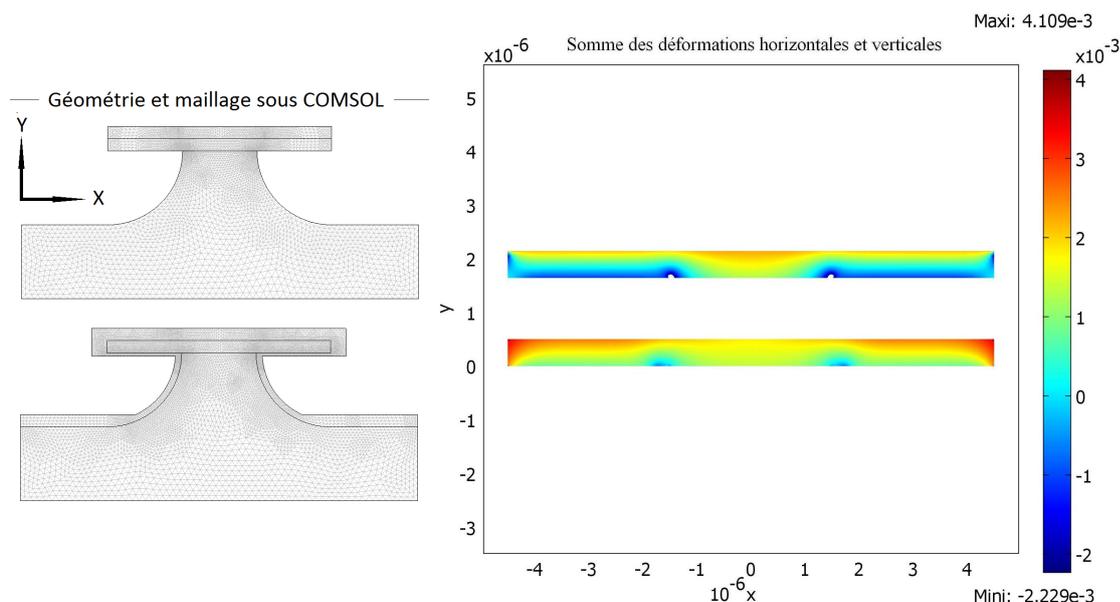


FIGURE 3.3.8: Comparaison de l'efficacité des procédés par dépôt de nitrure préalable ou postérieur, dans la recherche d'une déformation maximale. Le graphique compare la somme des déformations dans les deux sections de Ge. Les deux sections de Ge ont pour dimensions $9 \mu\text{m}$ par 500 nm .

Le pied de GaAs restant est de $3 \mu\text{m}$ de large. Les paramètres des matériaux sont les mêmes qu'aux simulations précédentes. La quantité de nitrure déformant la structure est plus importante dans le cas d'un dépôt après structuration, du fait de la présence de nitrure sous la structure. Cela n'a cependant que peu d'influence sur la contrainte maximale simulée, les deux types de dépôt atteignant une valeur autour de 0.4% . On observe toutefois une homogénéité de la déformation beaucoup plus importante dans le cas d'un dépôt après la structuration. Aucune zone de germanium en compression n'est alors observée. La déformation suivant y montre un comportement identique, plus homogène dans l'épaisseur en bas. Terminer par le dépôt semble donc introduire simultanément des déformations élevées et une

homogénéité de la déformation.

Bilan

Afin de garantir le confinement optique, l'épaisseur de germanium doit être maintenue supérieure à 200 nm. L'épaisseur de nitrure, pour éviter le décollement ou la fracture de la couche, doit être maintenue en dessous de 500 nm.

Ces bornes appliquées au cas d'un pré-dépôt ne permettent pas d'avoir une déformation sans compression dans le cas d'une gravure chimique. Il vaut mieux dans ces conditions s'orienter vers une ICP.

La sous-gravure générée par gravure chimique permet toutefois de libérer la surface inférieure de la couche de germanium. Un dépôt après structuration appliqué à ce type de gravure permet d'obtenir les meilleures déformations en terme d'amplitude comme d'homogénéité. Nous avons donc orienté la fabrication vers ce type de guide.

3.3.5 Conformité

Le dépôt dans la chambre se fait à partir de gaz ionisés. On s'attend dans le cadre d'une réaction gazeuse à ce que le dépôt soit conforme dans toutes les zones où les concentrations de gaz sont stables. Toutefois, bien qu'il y ait des similitudes entre gaz et plasma, l'oscillation du champ électrique peut induire un comportement très différent.

La figure 3.3.9 montre quatre images MEB prises sur des échantillons de Ge sur GaAs obtenus par croissance MOCVD au LPN. L'image (a) montre la structure recouverte de nitrure à l'issue du dépôt PECVD. Cette structure est ensuite clivée dans un plan parallèle au plan de l'image et donc à la facette. Une deuxième image MEB (b) présente la structure clivée. La zone sombre sur le dessus correspond au nitrure. Un zoom sur la facette est présenté à l'image MEB en (c). L'épaisseur de Ge évaluée à l'image est en bon accord avec les mesures effectuées par profilomètre mécanique avant gravure, ce qui garantit la bonne calibration des échelles au MEB.

On constate une grande différence entre les épaisseurs de dépôt par dessus et par dessous la structure. Le rapport est ici de 3.75 mais peut varier suivant les paramètres du dépôt. Cette différence démontre que les conditions de dépôt ne sont pas identiques sur toutes les surfaces de la structure. On observe une épaisseur de nitrure sous le germanium constante à la figure 3.3.9 (b). Si la diffusion des espèces sous la structure était en cause, l'épaisseur de nitrure déposée dessous diminuerait depuis la facette vers le pied de GaAs. La différence d'épaisseur entre le dessus et le dessous n'est donc pas due à une inhomogénéité des pressions des réactifs. Nous l'attribuons à l'absence de bombardement sous la structure.

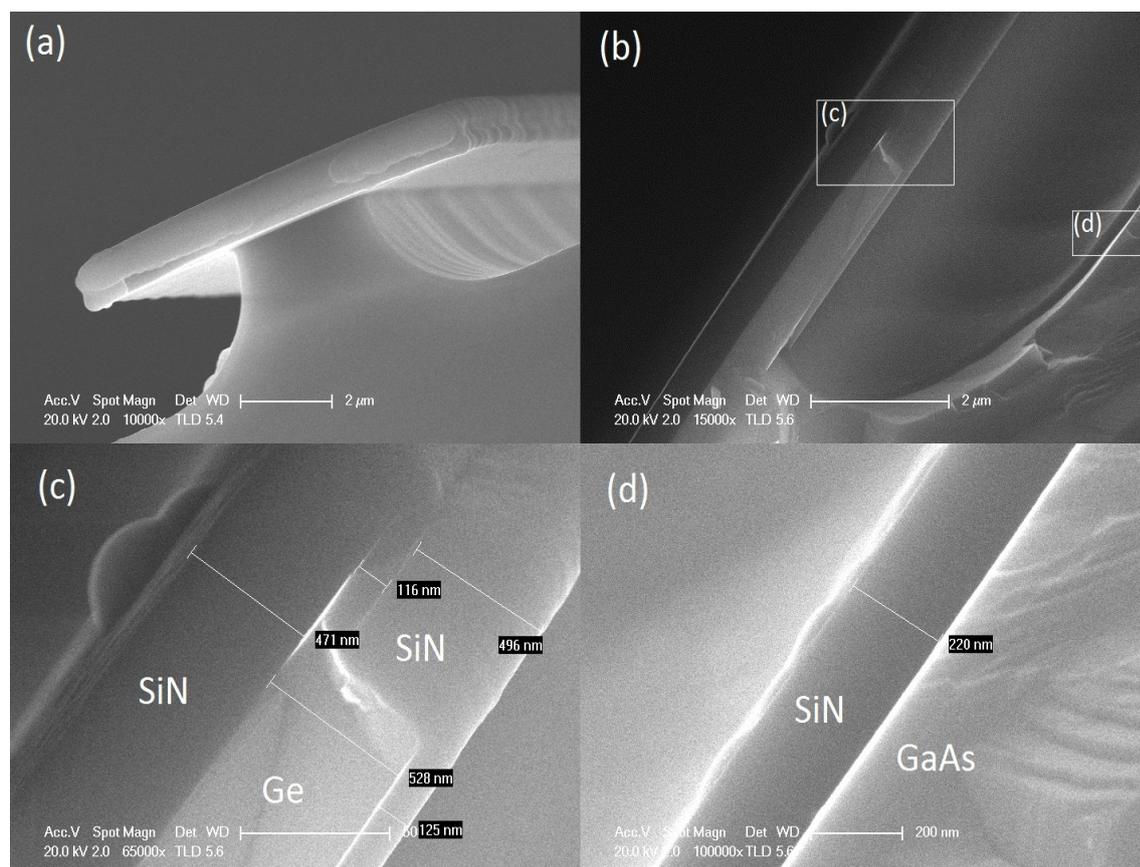


FIGURE 3.3.9: Images par microscope électronique à balayage d'un guide de germanium sous-gravé chimiquement et recouvert de nitrure. Les cliques des structures donnent accès aux images (b), (c) et (d) où l'on observe les épaisseurs de nitrure déposées.

De la même façon, un zoom sur le fond de GaAs à côté des structures, présenté à l'image (d), montre une épaisseur déposée sur le GaAs deux fois plus faible que celle déposée sur le germanium. L'origine de cette différence pourrait être attribuée au bombardement ionique. Une structure isolée présente un effet de pointe au champ électrique. Les lignes du champ seront orientées préférentiellement vers la structure. Dans un dépôt LF, le bombardement sous l'effet du champ contribue fortement au dépôt. L'accélération se faisant suivant les lignes de champ, la vitesse de dépôt serait plus élevée à la surface de la structure qu'à la surface du GaAs.

Si la vitesse du dépôt est différente au dessus et au dessous, on peut également s'attendre à ce que les propriétés mécaniques de ces deux dépôts diffèrent. Ainsi, supposer que la contrainte du nitrure sous le germanium est identique à celle mesurée lors d'un dépôt à la surface d'un substrat n'est pas justifié. Ce problème sera largement abordé à la section 3.4.7. Il participe à l'imprécision des simulations et confirme que seules les tendances, et non les valeurs de déformation, peuvent en être extraites.

3.3.6 Influence sur la réflectivité.

L'excitation optique du germanium par un laser donne lieu à une réflexion partielle à la surface. Avec un indice du germanium de 4.92[65] à 532 nm, la réflectivité correspondante sous incidence normale est de 0.51. De même, la luminescence du germanium excité par ce laser subit une réflexion partielle à la surface. Toutefois, l'introduction d'une couche de nitrure modifie ces réflectivités. La connaissance de l'influence du dépôt sur la réflectivité permet d'évaluer la luminescence réelle du germanium, et d'autre part d'optimiser l'épaisseur déposée de manière à ce qu'elle corresponde à une épaisseur antireflet pour l'injection. Bien que la puissance injectée ne soit pas le facteur limitant du dispositif, une connaissance de la puissance optique injectée est requise pour bien évaluer la quantité de porteurs photo-générés. Deux longueurs d'onde sont à considérer dans notre cas, correspondant aux deux longueurs d'onde de pompage utilisées : 532 nm et 1053 nm. La condition pour faire interférer les deux premières réflexions d'un laser dans le cas d'une couche unique s'écrit

$$r_{air \rightarrow SiN} + r_{SiN \rightarrow Ge} e^{-i\Delta\varphi} = 0$$

où $r_{air \rightarrow SiN}$ est le coefficient de réflexion à l'interface air/nitrure, $r_{SiN \rightarrow Ge}$ le coefficient de réflexion à l'interface nitrure Ge, définis par

$$r_{air/SiN} = \frac{n_{air} - n_{SiN}}{n_{air} + n_{SiN}} \text{ et } r_{SiN/Ge} = \frac{n_{SiN} - n_{Ge}}{n_{SiN} + n_{Ge}}$$

et $\Delta\varphi$ la différence de phase entre les deux ondes. Cette différence de phase se calcule sous incidence normale par

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi\delta}{\lambda} = \frac{4\pi n_{SiN}e}{\lambda}$$

où e est l'épaisseur de la couche, λ la longueur d'onde dont on souhaite maximiser la transmission et n_{SiN} l'indice optique du nitrure. Apparaissent alors deux conditions pour maximiser l'interférence destructive, sur l'épaisseur et sur l'indice, pour obtenir une couche antireflet.

$$e = \frac{(2p + 1)\lambda_{laser}}{4n_{SiN}} \quad (3.3.1)$$

$$n_{SiN} = \sqrt{n_{Ge}}$$

La figure 3.3.10 (a) montre les indices de réfraction du germanium[65] et du nitrure de silicium de notre PECVD mesuré par ellipsométrie. A 532.8 nm, l'indice du germanium étant de 4.94, l'indice idéal du nitrure pour obtenir une couche antireflet se situe à 2.22. A 1053 nm, l'indice du germanium est de 4.4 et l'indice idéal du nitrure 2.1. Varier les proportions de gaz précurseurs permet de modifier fortement l'indice nitrure PECVD. Ces modifications s'accompagnent en revanche de variations de la contrainte. Le premier objectif étant d'obtenir une contrainte maximale, nous n'ajusterons pas l'indice du nitrure et nous contenterons d'assurer une épaisseur adaptée. L'indice des nitrures utilisés dans le cadre de cette thèse se situe aux alentours de 1.85 sur tout le visible et l'infrarouge proche. Les épaisseurs adaptées pour un indice de 1.85 sont différentes à 532 et à 1053 nm. En considérant uniquement la première réflexion, la réflectivité à la surface peut être approchée par la formule

$$\frac{r_{air/SiN}^2 + r_{SiN/Ge}^2 + 2r_{air/SiN}r_{SiN/Ge}\cos\left(\frac{4\pi n_{SiN}e}{\lambda}\right)}{1 + r_{air/SiN}^2 + r_{SiN/Ge}^2 + 2r_{air/SiN}r_{SiN/Ge}\cos\left(\frac{4\pi n_{SiN}e}{\lambda}\right)}$$

La figure 3.3.10 (b) présente le tracé de cette réflectivité en fonction de l'épaisseur pour les deux longueurs d'onde de pompage que nous utilisons. On observe qu'il n'est pas possible de minimiser la réflectivité pour les deux longueurs d'onde simultanément. On peut voir également que la précision nécessaire sur l'épaisseur de dépôt pour garantir une réflectivité inférieure à 10% est de ± 15 nm à 532 nm et ± 35 nm à 1053. La précision sur l'épaisseur lors d'un dépôt étant de ± 10 nm, cela nous garantit concrètement qu'une épaisseur anti-réfléchissante peut être obtenue de manière reproductible. D'autre part, si sur un substrat plan l'homogénéité de la couleur nous garantit un dépôt uniforme à quelques nanomètres près, il est difficile de garantir une épaisseur constante sur toute la surface lorsqu'il s'agit de dépôt

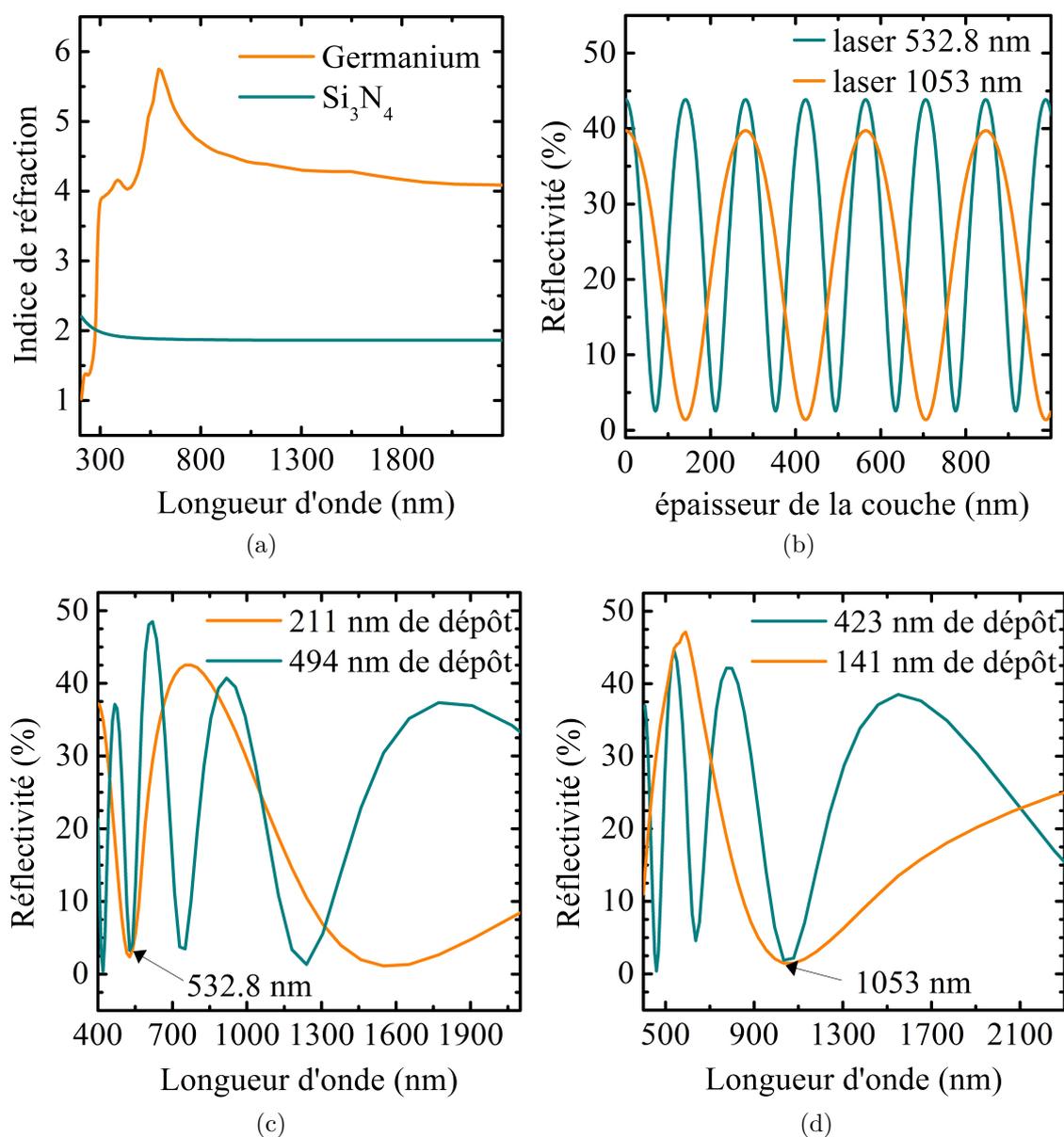


FIGURE 3.3.10: (a) Indice de réfraction du germanium et nitrure de silicium déposé par PECVD. (b) Évolution de la réflectivité d'un empilement air/nitrure/germanium en fonction de l'épaisseur de nitrure pour deux longueurs d'onde de pompage. (c) Réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour deux épaisseurs anti-réfléchissantes pour un pompage à 532 nm. (d) Réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour deux épaisseurs anti-réfléchissantes pour un pompage à 1053 nm.

sur un substrat structuré, où les différentes largeurs et les différents profils des structures peuvent modifier la cinétique du dépôt. Chercher une épaisseur anti-réfléchissante autorise alors une variation d'épaisseur de ± 15 nm à 532 nm et ± 35 nm à 1053 sans augmenter l'imprécision sur notre connaissance de la densité de porteurs photo-générés.

La figure 3.3.10 (c) présente la réflectivité en fonction de la longueur d'onde pour deux des épaisseurs optimisant l'absorption à 532 nm. La figure 3.3.10 (d) est l'équivalent à 1053 nm. On constate un comportement très différent à longueur d'onde plus élevée entre ces deux courbes. Pour une épaisseur de 211 nm, la réflectivité est pratiquement nulle autour de 1600 ± 100 nm, et reste inférieure à 10% sur toute la plage 1300 nm - 1900 nm.

Lors d'une structuration en cavité laser, la réflectivité aux facettes est d'une grande importance : ce sont les pertes aux facettes, fonction de la réflectivité en $1/L \ln 1/R$ qui vont déterminer la longueur nécessaire pour que le gain compense les pertes. Augmenter la réflectivité aux facettes par une couverture de nitrure confinerait mieux la lumière dans la cavité et diminuerait le seuil laser. Ici l'épaisseur de 211 nm n'est clairement pas adaptée. Précisons toutefois que nous parlons jusqu'au paragraphe précédent de l'épaisseur déposée en surface, alors que celle qui nous intéresse ici est celle déposée aux facettes. Or la connaissance de celle-ci n'est pas évidente. Bien que nous puissions l'observer sur des structures clivées telles qu'à la figure 3.3.9, le rapport des épaisseurs déposées à la surface et sur le côté du germanium n'est pas constant. Il varie avec les paramètres du dépôt (puissance, pression, température,...) Une mesure ellipsométrique à la surface ne suffit donc pas.

Pour des épaisseurs de 141 et 494 nm, la réflectivité évolue fortement autour du pic d'émission du germanium, à 1550 nm. On pourrait alors s'attendre à une diminution progressive de la transmission du signal de photoluminescence depuis les courtes vers les grandes longueurs d'ondes à travers la couche de nitrure. Cependant, au plus fort de la variation de réflectivité, la pente est de moins de 10% pour 100 nm. Une pente de 1% pour 10 nm n'est pas suffisante pour décaler sensiblement la mesure de la longueur d'onde du pic de photoluminescence. Bien que notre évaluation de la déformation par photoluminescence dépende de la position de ce pic, il n'y a pas d'erreur introduite.

3.3.7 Photoluminescence sous pompage optique continu

Nous abordons ici les caractérisations optiques de ces structures. Ces mesures sont réalisées à l'IEF à partir d'un dispositif de micro-photoluminescence. Le dispositif est identique à celui présenté à la section 2.4.1 page 51. Pour les spectres présentés, la luminescence des structures est excitée et collectée par la surface. D'autres mesures en collection par la facette (non présentées) ont été effectuées

mais sans que nous observions d'émission guidée.

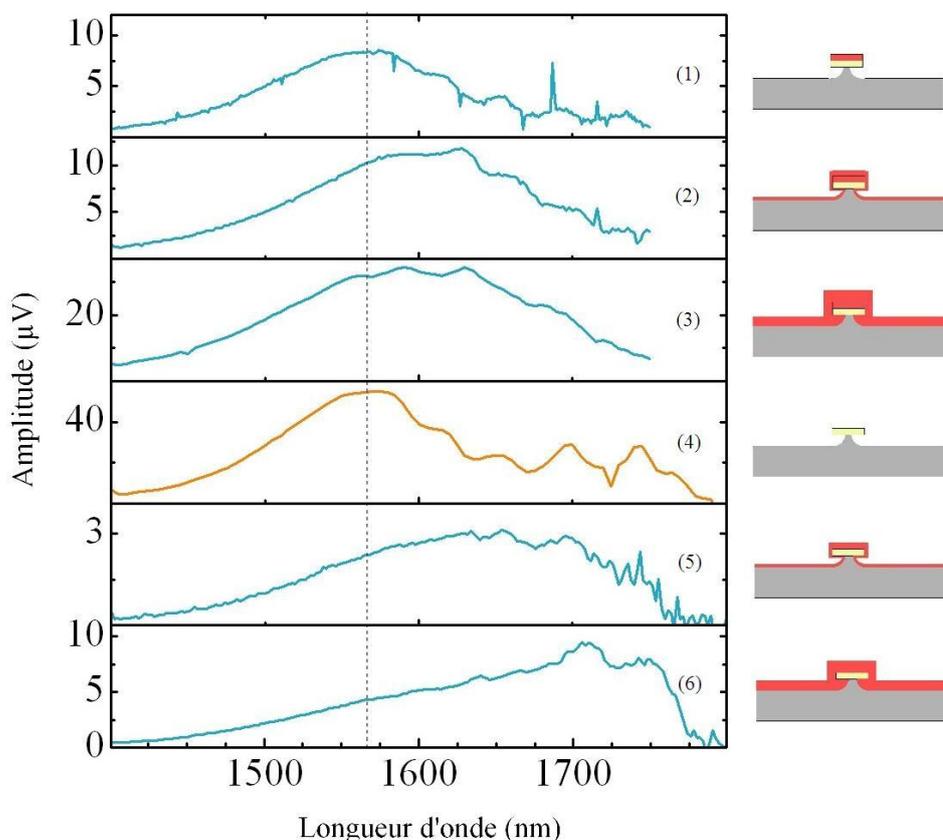


FIGURE 3.3.11: Étude sur un échantillon de l'influence de l'épaisseur déposée, de l'étape à laquelle est faite le dépôt et du caractère élastique de la contrainte. De haut en bas les étapes techno après fabrication sont : dépôt 250 nm, dépôt 500 nm, passage au HF, dépôt 250 nm et dépôt 500 nm.

Pré-dépôt et épaisseur

La figure 3.3.11 synthétise l'influence de différents dépôts de SiN sur une même structure. Il s'agit de ridges de 7 microns de large, réalisés par lithographie optique, et orientés suivant $\langle 110 \rangle$. Ils sont sous-gravés chimiquement (3.3.2 (b) à droite) par une solution d'acide citrique tel que décrite au 3.3.3. Le pied de GaAs fait approximativement 750 nm de large et la couche de germanium 500 nm. Sur ces structures a été mesurée la photoluminescence après chaque dépôt. Le détecteur utilisé est un détecteur germanium mono-canal. La coupure de ce détecteur se situe à 1650 nm, mais cette coupure est lente sur les 100 premiers nanomètres. Diviser

les spectres par la réponse du détecteur permet d'obtenir un spectre fiable jusqu'à 1750 nm. Les configurations sont les suivantes de haut en bas et dans l'ordre de fabrication :

1. Juste à la fin de la fabrication. La déformation est alors assurée par le pré-dépôt déposé au début du processus et il n'y a du nitrure qu'au dessus des structures. La mesure de photoluminescence donne un décalage de longueur d'onde négligeable. On observe de légères structurations entre 1600 nm et 1750 nm. La largeur associée à l'intervalle spectral libre de ces structurations est de 7 microns, et elles sont donc dues à des oscillations Fabry-Pérot dans la largeur.
2. Après un second dépôt de 250 nm à la surface. Le nitrure supplémentaire se dépose tout autour de la structure. On observe alors plus de décalage en longueur d'onde et le maximum se situe aux alentours de 1600 nm. Le dépôt de 250 nm après structuration a donc introduit plus de déformation que le dépôt de 500 nm avant structuration. Nous essayons alors d'augmenter cette déformation.
3. On dépose 500 nm supplémentaires de nitrure à la surface. La surface est donc à ce stade recouverte d'une épaisseur de 1.25 micron de nitrure. Le décalage de la photoluminescence n'est pas augmenté. Nous avons alors supposé que le dépôt fait avant structuration n'a pour une raison indéterminée pas de contrainte interne, n'observant pas de décalage spectral. Ce dépôt initial serait donc contre-productif, n'introduisant pas de déformation et augmentant la quantité de matériau à déformer. Nous décidons alors de reprendre le processus sans le pré-dépôt initial.
4. L'échantillon a alors été nettoyé à l'acide fluorhydrique, pour retirer la totalité du nitrure présent. Le spectre de luminescence montre un retour du maximum à 1550 nm, la longueur d'onde initiale. Ce résultat a son importance car il nous garantit que la déformation est restée élastique sous l'effet des dépôts précédents. Cela montre également que le même échantillon peut être utilisé pour tester différents dépôts sans qu'il y ait détérioration du matériau, représentant un gain de temps important dans la fabrication. Nous recommençons alors les dépôts, mais sans la couche initiale de pré-dépôt, partie à l'acide.
5. Nous déposons 250 nm supplémentaires de nitrure à la surface. Le décalage spectral est alors de 100 nm, le spectre étant centré à plus de 1650 nm. Le décalage introduit est bien plus important que celui introduit par l'étape deux, plus du double. La couche initiale déposée en pré-dépôt s'opposait donc à la déformation plus qu'elle n'en introduisait. Nous augmentons alors l'épaisseur.

6. Un dernier dépôt de 500 nm est effectué. L'épaisseur totale de nitrure est alors de 750 nm. L'échantillon se décale encore vers les hautes longueurs d'ondes. La position centrale du spectre devient difficile à déterminer : le décalage amène le spectre dans la coupure du détecteur. On peut toutefois observer un décalage minimum de 150 nm, le centre du spectre étant au delà de 1700 nm.

La formule 1.2.11 page 18 nous dit que pour le spectre le plus décalé, la déformation uniaxiale ε_{xx} est de 1.8% si la luminescence est dominée par les trous lourds, 0.9% s'il s'agit de trous légers. C'est une valeur suffisante pour espérer du gain optique dans nos structures. Cependant, ces structures, réalisées en lithographie optique et gravées au début de ma thèse à l'aide de recettes perfectibles, montre une rugosité importante au microscope électronique à balayage. Trois conclusions sont amenées par cette série de mesures sur le même échantillon :

- La déformation sature lorsque l'épaisseur de nitrure augmente. C'est ce qu'on observe à l'étape 3 : Le nitrure déjà déposé est du matériau à déformer en plus, et l'ajout de nitrure ne fait plus de différence significative.
- La déformation reste dans une gamme élastique.
- La déformation introduite par le dépôt initial est bien moins efficace que celle introduite par dépôt après gravure.

Dépôt HFSiN

La figure 3.3.12 montre l'influence d'un dépôt HFSiN, différent des dépôts LFSiN en compression étudiés jusqu'ici, sur la photoluminescence du germanium. Les structures excitées optiquement sont des plots de 1.2 μm de large et de 500 nm d'épaisseur. Les plots ainsi créés ne sont pas sous-gravés. Le premier spectre donne une luminescence centrée à 1541 nm. Nous effectuons ensuite un dépôt PECVD à la surface de 500 nm. Le dépôt, à haute fréquence et à 150°C, contient d'après les mesures de courbure de substrat (voir figure 3.1.2 page 70) une contrainte interne en tension de 100 MPa. Le spectre montre alors une luminescence très faiblement décalée en longueur d'onde, à 1534 nm, soit 7 nm de décalage seulement. À ce décalage correspond une déformation de -0.047%, en compression. L'échantillon est ensuite passé au four de recuit lent à 350°C. Le nitrure devrait alors contenir d'après cette même figure une contrainte en tension de 600 MPa. Une dernière mesure de photoluminescence est alors effectuée, et on observe un maximum centré à 1497 nm. À ce décalage correspond une déformation de -0.3%, en compression, effectivement 6 fois plus élevée. Nous pouvons ici constater le comportement quasi-linéaire de la déformation en fonction de la contrainte interne du nitrure. On retrouve cette proportionnalité en simulation pour des déformations faibles.

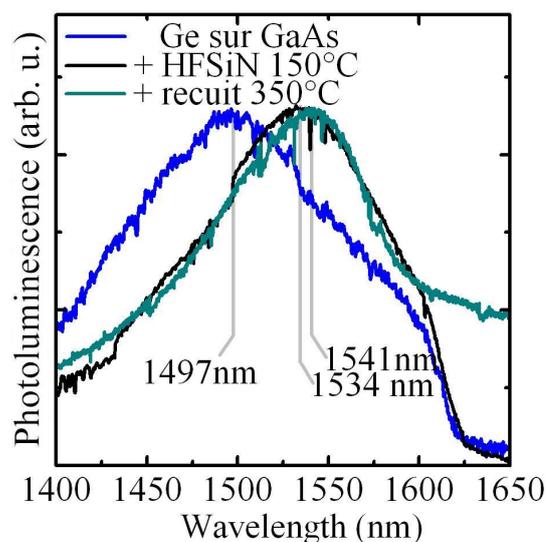


FIGURE 3.3.12: Influence d'un dépôt contraint en tension sur des plots. On compare sur cette figure les maxima de photoluminescence sur substrat pleine plaque, sur plot de Ge sur GaAs non sous-gravé recouvert de HFSiN à 150°C, et sur ce même échantillon après recuit à 350°C.

Comparaison des mesures aux résultats de simulation.

La figure 3.3.13(a) montre une description schématique de structures réalisées par un dépôt après structuration tel que décrit au 3.3.3. Sur une couche de germanium de 500 nm d'épaisseur sur substrat de GaAs, des guides ridges de différentes largeurs sont lithographiés. Le germanium et le GaAs sont ensuite gravés par plasma. La profondeur de GaAs gravée est 1.2 μm . Cette gravure du GaAs permet d'éviter que le transfert de contrainte compressif à la base des structures après dépôt de nitrure se fasse dans le germanium. Pour ce dépôt de nitrure la mesure de courbure de substrat nous fait remonter à une contrainte de 1.3 GPa dans le plan, soit 1.85 GPa hydrostatiques (cf. page 76). La figure 3.3.13 (b) montre une image MEB de cette structure.

Nous avons étudié la déformation du germanium par des mesures de micro-Raman effectués par le LPICM. En supposant une contrainte uniaxiale ou biaxiale, le décalage Raman permet de quantifier la déformation à proximité de la surface. La figure 3.3.14 (a) montre la variation sur l'axe x perpendiculaire à l'axe des structures de la déformation ε_{xx} mesurée par Raman à la surface. Le coefficient b utilisé pour la conversion du décalage en déformation dans la formule $\Delta\omega = -b\varepsilon_{\parallel}$ est le même qu'au chapitre 2, 415 cm^{-1} [39]. La figure 3.3.14 (b) montre le calcul par éléments finis de la même structure. Pour obtenir un accord entre ces deux profils, une contrainte hydrostatique de 3 GPa doit être considérée dans le nitrure. Pour

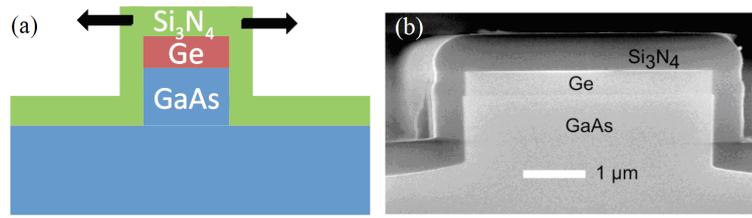


FIGURE 3.3.13: (a) Schéma de la section de la structure, et du transfert de contrainte engendrant la déformation de la couche de germanium. Les flèches noires suivent la direction de la déformation, notée x par la suite. (b) Image au microscope électronique à balayage de la structure ainsi fabriquée. L'épaisseur de nitrure est de 600 nm. L'épaisseur de germanium est de 500 nm.

cette valeur, la déformation obtenue par Raman et par simulation est identique au centre des structures, et la marge sur les bords est de l'ordre de 10 %. On constate donc pour ces structures un grand désaccord entre les mesures de courbures de substrat et la valeur déduite du Raman. On attribue cette différence à la différence de géométrie de dépôt entre un dépôt sur substrat et sur une structure de taille micrométrique.

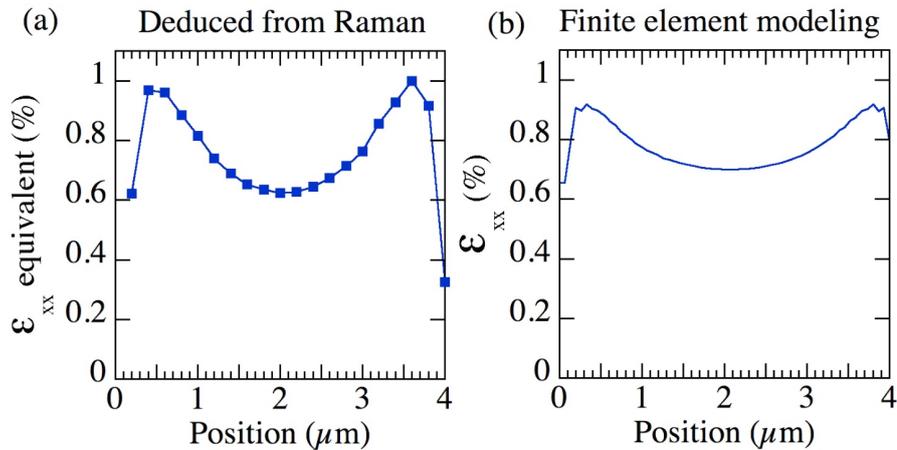


FIGURE 3.3.14: (a) Profil de déformation obtenu par des mesures de micro-Raman au LPICM en supposant une déformation purement uniaxiale. (b) Profil de déformation obtenu en simulation par éléments finis à proximité de la surface. La valeur déduite pour ϵ_{xx} au centre du guide des mesure Raman est 0.62%

Influence de la largeur

Les structures gravées droites montrent un comportement très variable en fonction des largeurs de guides. Lors de gravures chimiques, la faible largeur du pied minimise l'influence du substrat de GaAs. Pour les structures gravées droites en revanche, le GaAs sous le Ge s'oppose directement à la déformation. En fonction de la largeur des guides, la déformation atteignable diffère alors. Pour des structures très larges, la configuration s'approche d'une déformation de substrat, et la déformation est donc faible. Sur les structures présentées au paragraphe précédent 3.3.7, nous avons étudié l'influence de ce paramètre. La contrainte dans le nitrure est de 3 GPa d'après la confrontation du Raman et de la simulation. La figure 3.3.15 (a) montre des spectres de photoluminescence pour différentes largeurs de structures. Les spectres montrent un décalage progressif de la photoluminescence

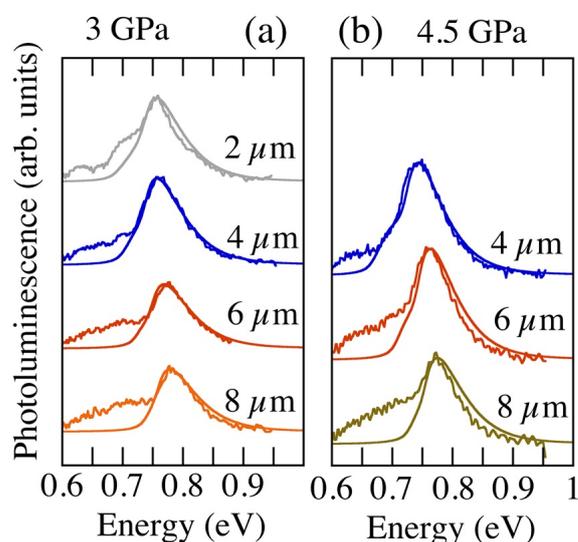


FIGURE 3.3.15: Spectre de photoluminescence comparé à notre modélisation, pour différentes largeurs de structures. Les spectres présentés en (a) (resp. (b)) correspondent à un échantillon ayant reçu un dépôt contraint à 3 GPa (resp. 4.5 GPa). Les traits lisses correspondent à la modélisation.

vers les basses énergies quand la largeur diminue, jusqu'à un décalage maximal de 50 meV pour le ridge de 2 μm de large. La contrainte uniaxiale correspondante est de 0.33% pour 8 μm et 0.87% pour 2 μm de large. Une modélisation de la luminescence due aux recombinaisons en bande interdite directe, effectuée par Abdelhamid Ghrib, est superposée sur les figures. Les recombinaisons associées à la bande interdite indirecte n'y sont pas prises en compte. Ses travaux montrent qu'après avoir déterminé la contrainte du nitrure en ajustant le modèle et la photoluminescence

pour une largeur, on observe un bon accord entre les spectres expérimentaux et la modélisation pour toutes les largeurs. Cette contrainte déterminée est identique à celle déduite par confrontation des simulations éléments finis et mesures Raman, 3 GPa.

La figure 3.3.15 (b) montre la même figure pour un échantillon où les caractéristiques du dépôt sont différentes. Pour ce dépôt, la modélisation de la photoluminescence correspond aux courbes expérimentales pour une valeur de contrainte hydrostatique de 4.5 GPa. Sur cet échantillon, le décalage en longueur d'onde est encore plus important et la déformation déduite de la photoluminescence sur le guide de 4 μm de large est de 1.07%. La encore, la tendance est à l'augmentation du décalage quand la largeur diminue.

Des structures de tailles plus petites étaient prévues dans la lithographie, commune aux deux échantillons. Elles n'ont cependant pas tenu l'étape de dépôt de nitrure, et la rupture du nitrure est observée pour toutes les tailles inférieures à 2 μm (resp. 1 μm) pour l'échantillon où la contrainte est de 4.5 GPa (resp. 3 GPa).

Influence de l'orientation

Comme nous l'avons vu à la section 1.4.1, certaines orientations de la déformation introduisent un cisaillement défavorable au transfert de porteurs de L vers Γ . La figure 3.3.16 montre la comparaison des spectres de photoluminescence pour deux orientations différentes de guides, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$, présents sur le même échantillon. On peut s'attendre à ce qu'en dehors de l'orientation, tous les autres paramètres tels que les recombinaisons non radiatives et le taux de recombinaison en surface soient identiques. Nous présentons sur cette figure les résultats obtenus pour le dépôt à 4.5 GPa, mais une conclusion identique peut être retirée des mesures pour le dépôt à 3 GPa. Aucune différence n'est observée entre les spectres selon les deux orientations pour des ridges de 8 μm de large. Les amplitudes commencent à différer à partir de 6 μm . Pour les guides de 4 μm on observe un facteur deux en amplitude entre les deux spectres. Ceci indique que l'orientation des guides est d'une importance fondamentale pour obtenir du gain dans le germanium. La différence d'amplitude observée entre les deux orientations est liée à une différence de population de porteurs en centre de zone. Cet écart augmente significativement à mesure que la largeur des ridges diminue, et donc que la déformation augmente. À l'origine de cette différence est l'existence de termes de cisaillement non-nuls pour l'orientation $\langle 110 \rangle$ dans le tenseur des déformations.

Nous avons présenté à la figure 1.4.2 page 33 la proportion de la population en Γ en fonction de la déformation uniaxiale pour les deux orientations. Sans déformation, en prenant en compte les densités d'états en Γ et en L, ce rapport vaut 1.6×10^{-4} à température ambiante pour un dopage de $8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ et une population photo-induite de $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Lorsque la déformation uniaxiale augmente,

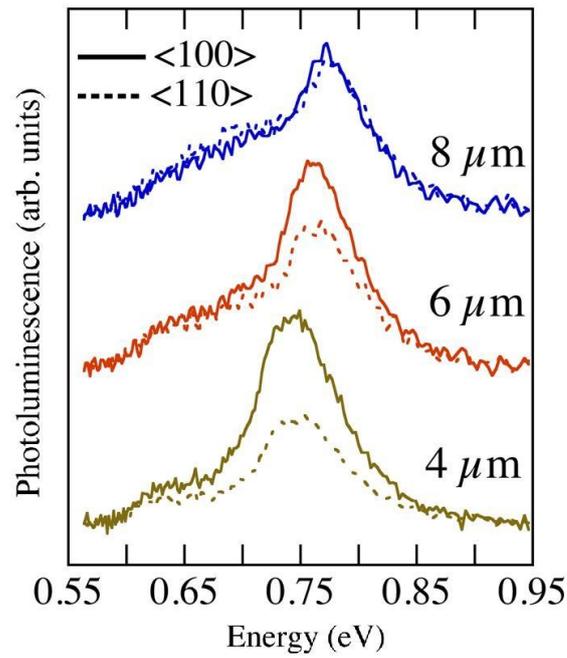


FIGURE 3.3.16: Photoluminescence à température ambiante pour des échantillons de largeurs et d'orientation différentes. La ligne en trait plein correspond à l'orientation (100) et le trait pointillé à l'orientation <110>. Les courbes sont verticalement décalées pour la lisibilité.

ce rapport augmente pour la direction $\langle 110 \rangle$ jusqu'à 1% pour ensuite diminuer. Cet effet est dû à la levée de dégénérescence en L et à la diminution de l'énergie d'une des vallées L, qui mène à une augmentation de l'écart d'énergie entre L et Γ .

La situation est très différente pour la direction $\langle 100 \rangle$ où le quotient des populations entre Γ et L augmente toujours avec la déformation, et où cette augmentation est sur-linéaire. En faisant le rapport des deux courbes de la figure 1.4.2 page 33, on obtient le rapport des populations en Γ pour les deux orientations. Ce rapport est représenté à la figure 3.3.17 en trait plein bleu. Sur cette même figure est comparé ce même rapport déterminé expérimentalement d'après les mesures de la figure 3.3.16. Un accord satisfaisant est obtenu, compte tenu de la valeur du ratio dépassant 2 pour une déformation uniaxiale. Ceci nous confirme donc que les dispositifs recherchant un effet laser devraient préférentiellement être orientés suivant la direction $\langle 100 \rangle$.

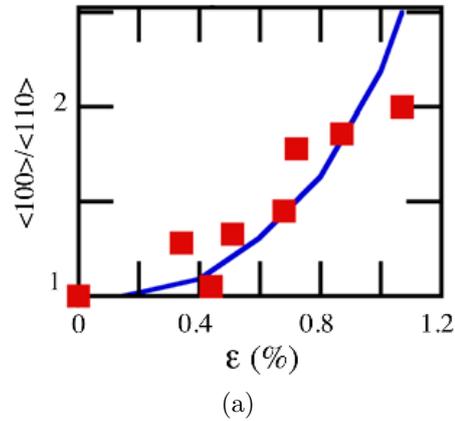


FIGURE 3.3.17: Comparaison entre les valeurs calculées (trait plein) et expérimentales (carrés), pour le quotient $\langle 100 \rangle / \langle 110 \rangle$ des luminescences pour ces deux orientations.

3.4 Microdisques

Les structures en guides ridges montrées jusqu'ici ont permis d'obtenir des déformations élevées démontrées par un grand décalage de la longueur d'onde. Toutefois ce type de structure présente vis à vis de la déformation un désavantage important : la déformation y est toujours unidirectionnelle. Pour tirer parti des contraintes biaxiales présentes dans le nitrure, les cavités doivent pouvoir se déformer dans les deux directions du plan. Une structure permettant d'obtenir cet effet est le microdisque. Depuis les premières publications sur les lasers microdisques

par McCall *et al* de BellLabs au début des années 90[66], ces cavités se sont révélées être dotées de propriétés remarquables : faible volume modal, faible seuil laser, faible largeur spectrale... Toutefois, l'intérêt majeur qu'elles présentent se situe du point de vue de l'intégration, ces cavités ne faisant que typiquement quelques microns de rayon. Nous avons fabriqué des microdisques de germanium sur GaAs déformés par dépôt de nitrure. Nous avons caractérisé ces microdisques en photoluminescence. Ces cavités n'ont pas montré de gain sous pompage optique continu à ce jour, mais nous montrons toutefois qu'une déformation très importante peut leur être appliquée.

3.4.1 Modes de galerie

Les modes laser recherchés dans ces structures sont des modes de galerie. La physique de ces modes est étudiée depuis le XIXème siècle et leur découverte par Lord Rayleigh. La figure 3.4.1, extraite de la thèse de Szu-Lin Cheng[7], en montre deux représentations différentes. En optique géométrique ces modes peuvent être

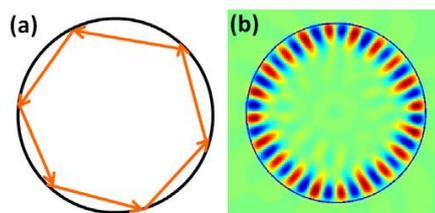


FIGURE 3.4.1: (a) Vision schématique de la propagation d'un rayon permettant l'existence du mode de galerie par réflexion interne totale. (b) Simulation FDTD d'un mode de galerie dans un microdisque. Les photons sont confinés à la périphérie du microdisque. Extrait de [7].

vus comme des rayons glissant le long de la périphérie du microdisque par réflexion interne totale. La condition d'existence de l'onde stationnaire devient alors le bouclage en phase à l'issue d'un tour pour l'onde lumineuse représentée schématiquement en (a). On a alors

$$2\pi r = \frac{m\lambda_0}{n_{eff}}$$

où r est le rayon du microdisque, λ_0 la longueur d'onde dans le vide du mode, n_{eff} l'indice effectif du mode et m un entier. On déduit de cette expression l'intervalle spectral libre auquel nous pouvons nous attendre

$$ISL = \frac{\lambda_0^2}{2\pi n_{eff} r}$$

Les conditions pour l'existence de ces modes incluent un rayon grand devant la longueur d'onde guidée ($r \gg \lambda/n$) et une épaisseur suffisante pour garantir le guidage ($e > \lambda/2n$). Le dimensionnement des structures a donc été fait en conséquence et la taille des structures choisie permet la coexistence de nombreux modes.

Bien que cela sorte du cadre de notre étude, il est possible de résoudre analytiquement la longueur d'onde de résonance et le profil des modes. La circularité de la propagation amène moyennant quelques approximations à rechercher les solutions stationnaires du champ suivant z dans l'équation de Helmholtz $(\nabla^2 + k^2)E = 0$ sous la forme $\Psi_m(r, \Theta) = \Psi_m(r)\cos(m\Theta)e^{j\omega t}$. Dans cette expression m est l'ordre azimutal, Ψ_m la composante suivant z du champ (magnétique dans le cas TE, électrique dans le cas TM), et ω la pulsation. L'équation de Helmholtz s'exprime alors

$$r^2 \frac{\partial^2 \Psi_m}{\partial r^2} + r \frac{\partial \Psi_m}{\partial r} + \left[\frac{\omega}{c} n^2 r^2 - m^2 \right] \Psi_m = 0$$

où c est la vitesse de la lumière. Les solutions de cette équation dans le microdisque sont des fonctions de Bessel de première espèce $J_m(nkr)$. La résolution précise des modes de galerie est généralement effectuée numériquement. La figure 3.4.1(b) montre une représentation de modes de galerie obtenue par la méthode des éléments finis dans le domaine temporel.

3.4.2 Description des structures

Comme pour les structures de type rubans, les microdisques ont été fabriqués à partir de substrats de Ge sur GaAs. Les premières structures réalisées sont présentées à la figure 3.4.2. On peut y observer les disques de germanium suspendus sur un pied de GaAs plus fin. Les diamètres des microdisques présentés ici varient de 5 à 9 μm . La fabrication de ces microdisques est peu différente de celle des ridges à l'exception du masque de lithographie. On peut toutefois signaler que pour ces structures circulaires, les vitesses de gravure chimique sont différentes de celles des ridges. Sur les échantillons contenant des ridges et des microdisques, la disparition du pied et donc l'arrachement de la structure se fait toujours plus vite sur les plots que sur les ridges.

Problématiques introduites par la gravure à l'acide citrique

Sur l'image 3.4.2 en bas à droite, on observe particulièrement bien la sélectivité insuffisante entre le germanium et le GaAs. Une mesure de l'épaisseur de germanium manque à cette image, mais on peut voir à l'échelle que l'épaisseur est bien inférieure à 500 nm, au mieux 300 nm. Cet effet est imputable à la sélectivité insuffisante (1 :10~20) entre le Ge et le GaAs par cette gravure à l'acide citrique, en raison de la présence d'eau oxygénée dans la recette.

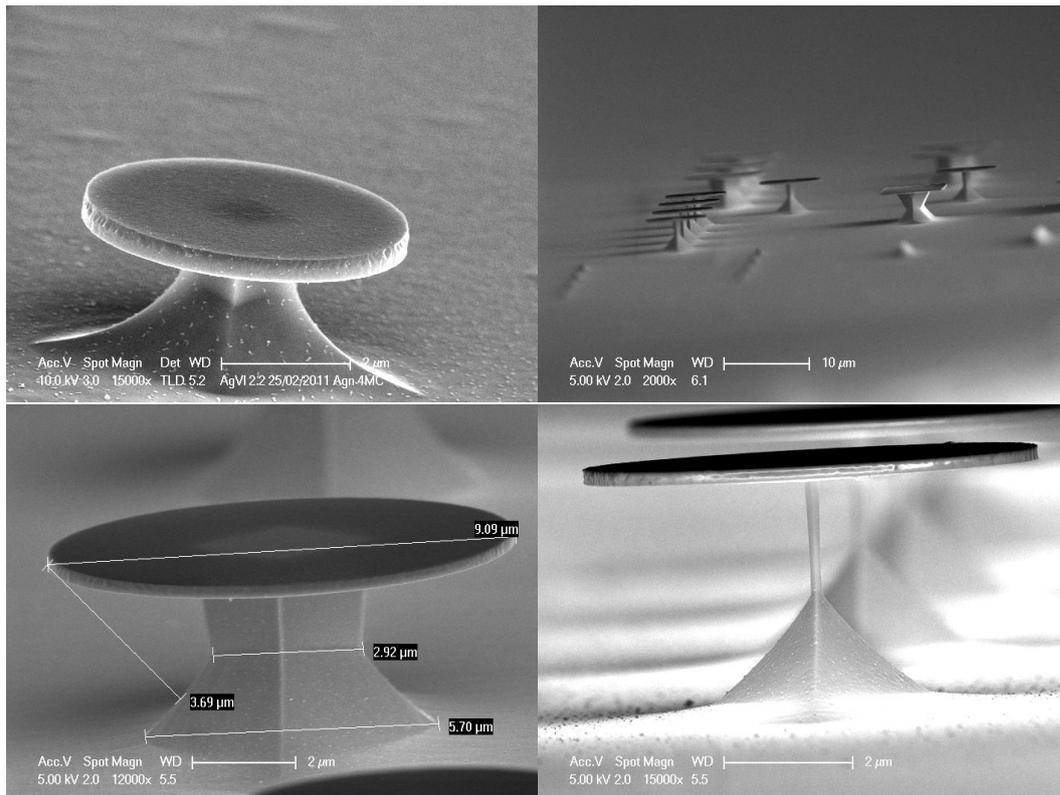


FIGURE 3.4.2: Microdisques de germanium relaxé sur GaAs, avant le dépôt de nitrure de silicium appliquant la déformation.

Les 300 nm de germanium restants sont suffisants pour permettre l'établissement d'un mode, comme nous l'avons vu à la section 2.5.2. Nous pourrions considérer que cet affinement est une amélioration car contribue à diminuer la quantité de matériau à déformer, diminue le nombre de modes coexistants, tout en permettant malgré tout le guidage avec un confinement du mode suffisant.

Toutefois, il s'agit d'un effet non contrôlé, à forte variabilité. La vitesse de gravure du GaAs dans notre configuration s'est déjà montrée peu reproductible, et la vitesse de gravure du Ge également, sans que la relation entre les deux soit le moins du monde linéaire. De plus, cette gravure du Ge rend inenvisageable la conception de microdisques de grande taille, pour lesquels le germanium serait entièrement gravé avant qu'une sous-gravure suffisante soit obtenue. Enfin, bien que ce ne soit pas visible sur ces images en raison de l'angle de ces prises de vue, ce type de gravure fait varier l'épaisseur du germanium entre le centre et la périphérie.

La figure 3.4.3 montre la facette clivée d'un ridge où ce problème est visible. Lors de la sous-gravure, le germanium à proximité de la facette est dès le début

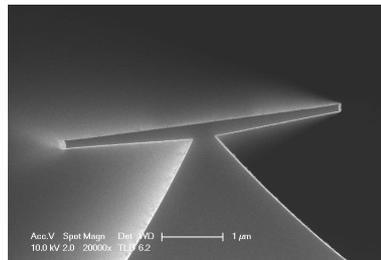


FIGURE 3.4.3: Image obtenue par microscope électronique à balayage de la facette clivée d'un guide de germanium sur un pied de GaAs réalisé par gravure à l'acide citrique. L'affinement progressif du centre vers la périphérie est dû à la sélectivité insuffisante entre le germanium et le GaAs par cette recette de gravure.

exposé à la gravure. En revanche, à proximité du pied, le germanium n'est exposé à la solution de gravure que pendant un temps très faible avant que l'échantillon soit retiré. Il est donc peu gravé. Ceci induit une différence d'épaisseur entre le centre et la périphérie que l'on observe sur cette image. Ce profil introduit des difficultés sur le calcul de l'indice effectif, et introduit une différence de niveau de déformation entre le centre et la périphérie. Cette augmentation de la déformation dans la zone où l'on souhaite la propagation du mode est là encore à notre avantage. Cependant là encore, il s'agit d'un effet non maîtrisé, complexifiant la structure et la modélisation du guide.

Tous ces problèmes introduits par la sélectivité insuffisante ont justifié la modification du procédé pour une recette à base d'acide nitrique et phosphorique. Les microdisques réalisés par cette technique sont présentés à la figure 3.4.4. La rugo-

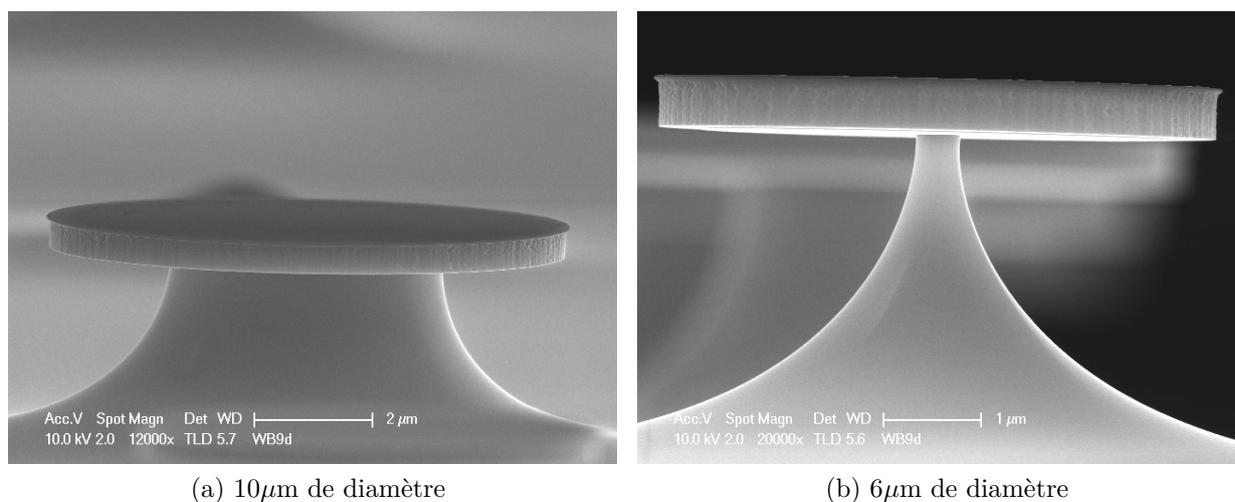


FIGURE 3.4.4: Microdisques obtenus par gravure H₃PO₄ :HNO₃ à 50 pour 1. L'isotropie de la gravure du GaAs, comme la sélectivité avec le germanium sont meilleures que par la recette d'acide citrique.

sité du germanium, bien que faible, est plus visible que lors des gravures à l'acide citrique. Qualité des images mise à part, la faible gravure isotrope du germanium par l'acide citrique pourrait avoir contribué à lisser ces rugosités. L'épaisseur de germanium est bien de 500 nm, identique à celle du substrat de départ. Aucune gravure du germanium n'a été constatée par cette deuxième recette, même lors de tests de gravure de 30 min.

Fabrication

La recette globale de fabrication des microdisques est la suivante :

- Lithographie :
 - Enrésinement : résine Man 2403, tournette 3500 tours.min⁻¹
 - Lithographie électronique au Raith 150, dose 100 μ C.cm⁻².
 - 30 s d'un plasma O₂ de délaquage
- Gravure du germanium
 - Gravure ICP 45 ,s C₄F₈ 250 sccm, SF₆ 200 sccm
- Nettoyage résine
 - 8 min de délaquage au plasma O₂
 - 1 min d'acétone chaud
- Gravure de l'arséniure de gallium (l'une ou l'autre)
 - À l'acide citrique :
 - Nettoyage avant gravure par une solution de HCl :H₂O 1 :1 pendant

- 1 min. Rinçage à l'eau
- Gravure humide par une solution de 120 mL d'eau désionisée, de 120 g d'acide citrique monohydraté et 40 mL d'eau oxygénée (H_2O_2)
- Rinçage à l'eau
- Par acides nitriques et phosphoriques :
 - Nettoyage de la résine par un bain d'acétone chaud accompagné d'ultra-son pendant 20 min.
 - Nettoyage avant gravure par une solution de HCl :H₂O 1 :6 pendant 1 min. Rinçage à l'eau
 - Nettoyage des résidus par un plasma O₂ faible puissance de 5 min. Le plasma n'a pas d'influence visible sur l'épaisseur de germanium, même sur des échantillons de test ayant subi 30 minutes de plasma oxygène.
 - Gravure du GaAs par une solution de H₃PO₄ :HNO₃ à 50 mL de H₃PO₄ pour 1 mL de HNO₃. La solution est chauffée à 40°C au préalable. La vitesse de gravure est de l'ordre de 3 $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$
 - Rinçage à l'eau
- Dépôt de nitrure

Sur la figure 3.4.4, on observe également une très belle isotropie de la gravure du GaAs. Sur la figure 3.4.2 en revanche, où la gravure utilisée est à base d'acide citrique, on observe une nette anisotropie, perturbant l'établissement des modes de galerie[66] et l'uniformité de la déformation après dépôt.

La figure 3.4.5 montre des microdisques gravé à l'acide citrique après dépôt PECVD. La courbure observée sur ces images à la surface provient de l'effet de cintrage déjà étudié sur les ridges. Cette courbure ne devrait pas perturber les modes de galerie, ceux-ci se propageant le long de la périphérie du microdisque où le profil reste circulaire.

3.4.3 Simulation de la déformation

Nous montrons ici par simulation l'intérêt de ces structures du point de vue de la déformation atteignable. Du fait de l'invariance par rotation des structures, on peut effectuer des simulations axisymétriques plutôt que 3D. La géométrie simulée, dont le maillage est représenté à la figure 3.4.6, est inspirée des observations MEB. Les paramètres des matériaux sont pris identiques à ceux des simulations sur ridges et sont présentés dans le tableau à la figure 3.4.6(b).

Déformation obtenue

La figure 3.4.7 montre le résultat de la simulation pour ce microdisque de 9 μm de diamètre. La déformation radiale (3.4.7 (b)) est similaire à celle observée suivant x pour les guides ridges. Cela dit, un point fondamental est qu'ici la déformation

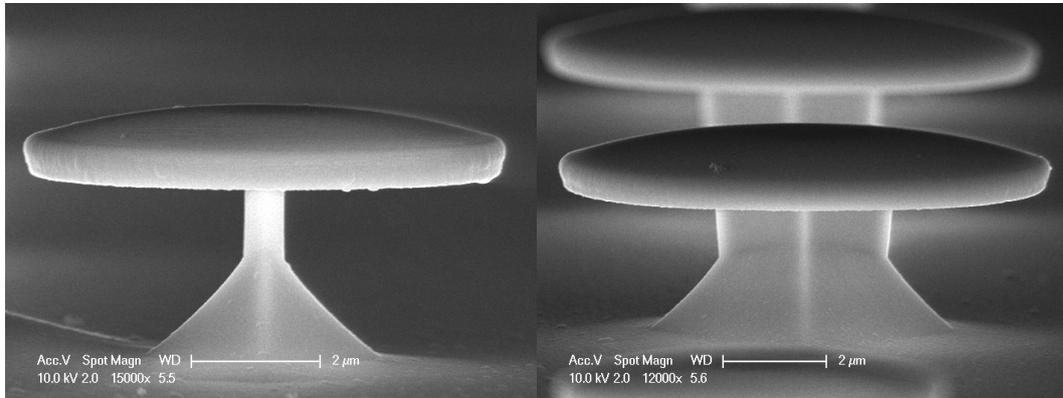
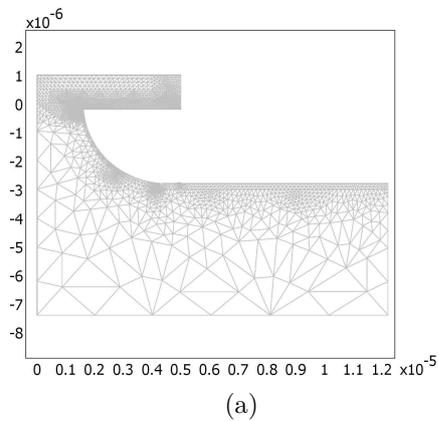


FIGURE 3.4.5: Microdisques de germanium sur GaAs de 7 et 9 μm de diamètre, gravés à l'acide citrique, après le dépôt de nitrure de silicium contraint.



module d'Young du Ge	103 GPa
module d'Young du GaAs	83 GPa
module d'Young du nitrure	100 GPa
épaisseur du Ge	500 nm
diamètre du Ge	9 μm
diamètre du pied	3 μm
nitrure sur le Ge	500nm
nitrure sous le Ge	250 nm
contrainte du nitrure	1 GPa

(b)

FIGURE 3.4.6: (a) Maillage d'un microdisque de germanium sur GaAs recouvert de nitrure dont on simule la déformation. La géométrie est inspirée des observations MEB. (b) Valeur des paramètres utilisés pour les simulations.

comporte également une composante tangentielle, ε_{phi} , de 0.25% en moyenne (figure 3.4.7 (c)). Rappelons que la déformation est nulle suivant l'axe des guides ridges et que nous ne pouvions appliquer qu'une déformation uniaxiale. On a en revanche une déformation biaxiale dans le cas présent. Comme nous l'avons vu à la section 1.2.1, les formules 1.2.5 et 1.2.6 page 15 reliant la composante hydrostatique de la déformation à la déformation suivant la direction de contrainte varient d'un facteur deux entre le cas uniaxial et biaxial. Nous avons ensuite à la section 1.2.2 mentionné qu'en conséquence la variation de la structure de bande en fonction de la déformation est deux fois plus élevée dans le cas biaxial que dans le cas uniaxial. La déformation de 0.25% en moyenne mentionnée ici a donc autant d'effet sur la structure de bande qu'une déformation de 0.5% sur guide ridge.

Étude de la courbure

La courbure que l'on observe à la figure 3.4.5 peut également être simulée. Toutefois, on constate alors l'inadéquation entre les cintrages simulés et expérimentaux en partant d'une valeur de contrainte mesurée pleine plaque. Nous avons donc recherché les contraintes permettant d'obtenir ce cintrage. En faisant varier en simulation la contrainte dans le nitrure, il est possible de déterminer la contrainte nécessaire pour obtenir un déplacement identique à celui observé sur les images MEB. La figure 3.4.8 présente le principe de la comparaison des profils de déformation observé au MEB et par simulation. L'épaisseur de germanium, retirée des observations MEB, est de 250 nm, les épaisseurs de nitrure considérées sont de 270 nm au dessus et 130 nm au dessous. Le rapport deux entre les deux épaisseurs a été déterminé à partir de clivages de ridges ayant reçu le même dépôt. Le déplacement vers le bas de l'extrémité du microdisque, observable à l'image 3.4.8 (a) est de 500 nm. Une incertitude de 10% est introduite par l'imprécision des échelles du MEB.

La figure 3.4.9 présente le déplacement simulé en fonction de la contrainte interne pour trois valeur du module d'Young. La déduction à partir de la photoluminescence sur des ridges pour ce nitrure avait amené à conclure à une contrainte hydrostatique équivalente de 4.5 GPa. Cette valeur est déjà nettement plus élevée que celle obtenue à partir de la mesure pleine plaque, de l'ordre de 2 GPa. En entrant cette valeur de 4.5 GPa dans le solveur, on peut alors chercher à déterminer le module d'Young du nitrure. La valeur du module d'Young du nitrure nécessaire pour obtenir un déplacement équivalent est de moins de 50 GPa. Bien que des modules d'Young de 75 GPa soit accessible en haute fréquence, une valeur aussi faible n'a pas pu être trouvée dans la littérature sur les dépôts de nitrure basse fréquence. Nous la considérons donc comme incohérente. Inversement, en partant maintenant d'une valeur basse mais standard de module d'Young, 100 GPa, la recherche d'un déplacement identique aux images MEB amène à conclure à une

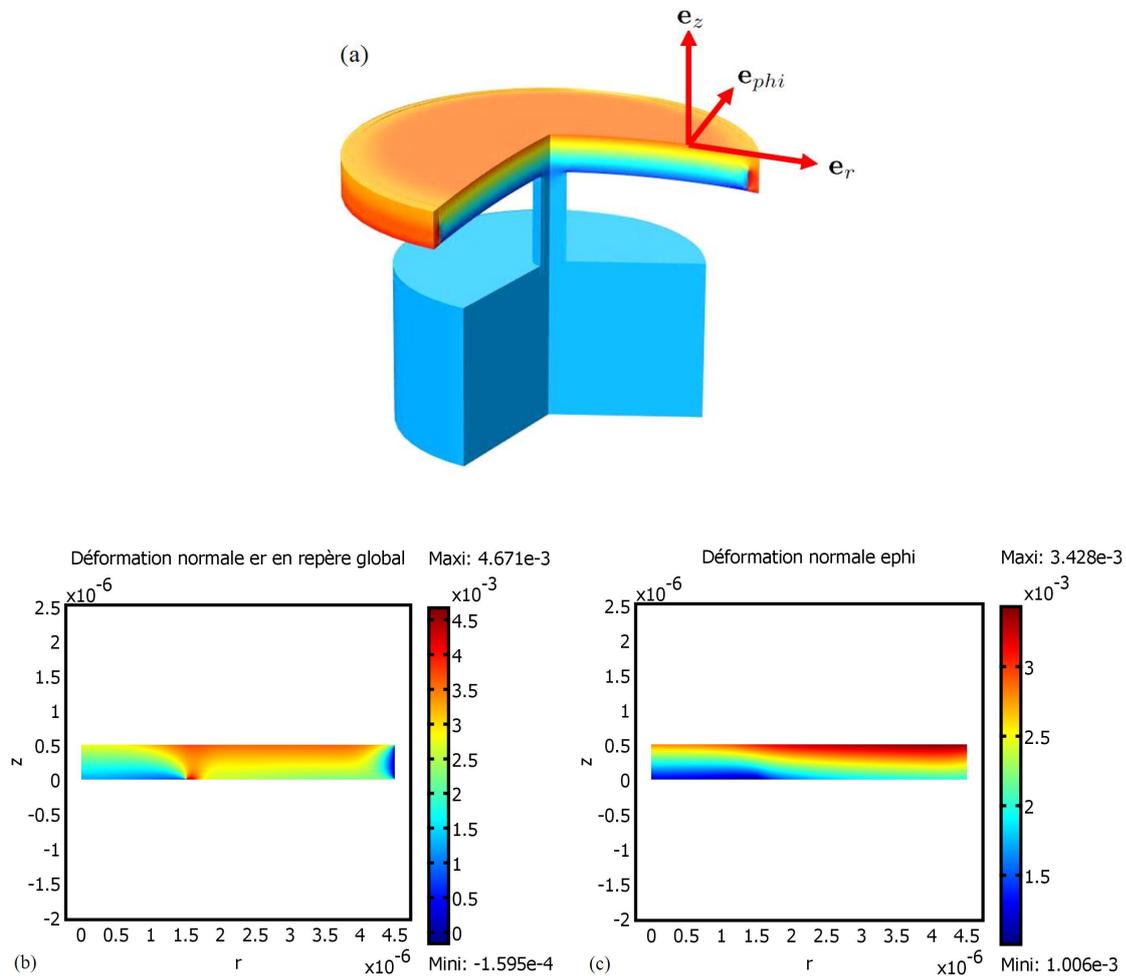


FIGURE 3.4.7: (a) Simulation axisymétrique de la déformation d'un microdisque. (b) Déformation radiale et (c) tangentielle du germanium structuré en microdisque. Si la déformation radiale maximale est du même ordre que pour les ridges, la déformation tangentielle, dont l'équivalent sur les ridges est la déformation dans la longueur, est ici de 0.35% au maximum. Sur les ridges, la déformation dans la longueur est nulle.

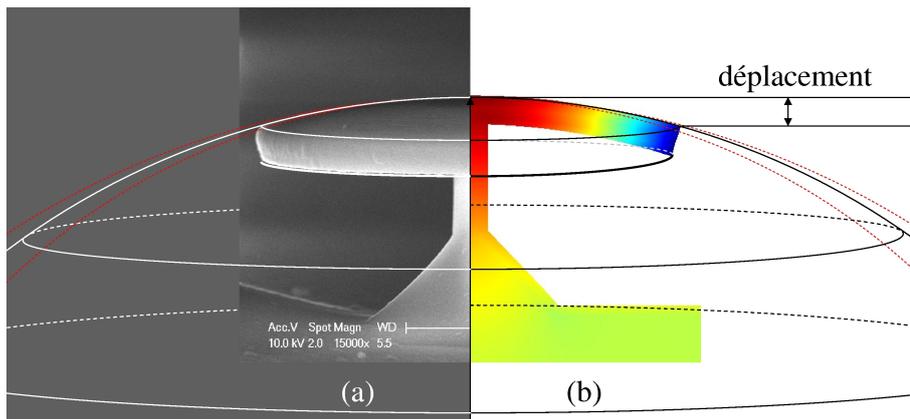


FIGURE 3.4.8: (a) Image MEB d'un microdisque de $7\ \mu\text{m}$ de diamètre et de $250\ \text{nm}$ d'épaisseur après un dépôt de nitrure de $260\ \text{nm}$. La courbure du microdisque correspond à une section de sphère. Les ellipses sont des guides pour l'œil, indiquant les contours du microdisque et de la sphère intersectée. Les deux arcs en pointillé rouge correspondent à des cercles de rayons 10.5 et $14.5\ \mu\text{m}$. Celle en trait plein entre les deux, qui correspond la mieux au profil à l'image, fait $12.5\ \mu\text{m}$ de rayon. (b) résultat d'une simulation axisymétrique de la déformation. L'identification entre image et simulation des rayons de courbures ou des déplacements verticaux aux extrémités permet de remonter aux paramètres du nitrure.

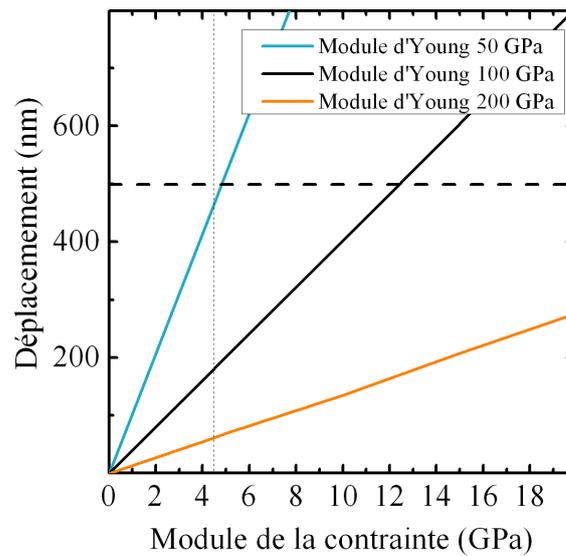


FIGURE 3.4.9: Déplacement vertical de l'extrémité du microdisque déterminés par simulation en fonction de la contrainte interne au nitrure de silicium PECVD, pour trois valeurs différentes de son module d'Young. La ligne en pointillé horizontale marque le déplacement observé sur les images MEB. La ligne en pointillé verticale est à 4.5 GPa, la valeur de la contrainte hydrostatique équivalente déduite des mesures sur les guides ridges de la section 3.3.7.

contrainte interne au nitrure de 12 GPa. Là encore, le résultat n'est pas compatible avec la littérature. Ainsi, en gardant l'hypothèse d'une contrainte uniforme dans le nitrure et des paramètres réalistes, il s'est révélé impossible d'obtenir en simulation une courbure identique à celle observée.

Comme mentionné au paragraphe 3.3.5 page 91, l'épaisseur déposée n'est pas identique entre le haut et le bas de la structure, signifiant que les conditions du dépôt varient entre les deux faces. On peut alors être amené à considérer que la contrainte y est également différente. En prenant 100 GPa de module d'Young et une contrainte sur le dessus de -4.5 GPa, la bonne courbure peut être obtenue pour une contrainte hydrostatique équivalente dans le nitrure sous le microdisque de -1 GPa. Il est donc possible de faire correspondre la courbure simulée à celle observée en supprimant l'hypothèse d'une uniformité de la contrainte.

Si la contrainte varie entre le dessus et le dessous, il est possible qu'il en soit de même pour le module d'Young. En admettant la valeur de -4.5 GPa, on doit alors déterminer le module d'Young à la surface, le module d'Young sous la structure, ainsi que la contrainte sous la structure. Le nombre de mesures à notre disposition s'est révélé trop faible pour déterminer ces trois paramètres. Cette dernière approche ne nous a pas permis d'obtenir d'information supplémentaire sur les paramètres du nitrure. Elle nous a cependant démontré qu'il n'est pas réaliste de considérer un nitrure équivalent sur et sous nos structures.

Sans connaissance des paramètres du nitrure, il est toutefois possible d'obtenir une borne inférieure à la déformation du microdisque en germanium. En effet, on peut décomposer la déformation induite par le nitrure en deux composantes : l'élongation et le cintrage. La composante d'élongation de la déformation est constante dans l'épaisseur du germanium. La composante de cintrage de la déformation est de moyenne nulle. Nous ne pouvons pas déterminer l'élongation, n'ayant ni moyen direct de mesure ni paramètres de simulations. Le cintrage en revanche est directement observable sur les images MEB. Sur tous les jeux de paramètres testés menant au juste déplacement, elle est identique, et correspond à une variation de -0.6% à 0.6% de la déformation, entre le dessous et le dessus du germanium. Ce comportement est retrouvé sur les composantes radiale comme tangentielle de la déformation. En considérant alors le pire cas, où l'élongation est nulle et où la déformation est uniquement due au cintrage, la déformation biaxiale en surface est au minimum de 0.6%.

En conclusion, nous avons par ces simulations montré que la déformation induite par un dépôt de nitrure sur des microdisques était bien biaxiale. Nous avons étudié les contraintes pouvant justifier un tel cintrage des structures, et conclu que dans les dépôts de nitrure la contrainte et/ou le module d'Young dépendent bien de l'orientation vis à vis de la surface. En tenant compte du seul cintrage, une déformation minimale à la surface de 0.6% est calculée.

3.4.4 Photoluminescence

Dispositif de pompage

La où il est d'usage d'effectuer l'excitation et la collection optique le long de l'axe du disque, éventuellement par couplage évanescent avec une fibre, nous avons pris le parti de maintenir le dispositif de pompage optique par la surface représenté à la figure 2.4.1 page 51. Nous avons considéré que dans la recherche d'un effet laser dans ces structures, l'émission attendue serait suffisante pour collecter la faible diffusion vers la surface dans la mesure où nous collectons à l'aide d'une grande ouverture numérique (0.8).

Modes observés avant dépôt, contraste

Nous avons tout d'abord étudié la photoluminescence des microdisques avant dépôt de nitrure. La figure 3.4.10 montre deux spectres de photoluminescence pour des microdisques de diamètre 5 et 7 μm . On constate tout d'abord par rapport à

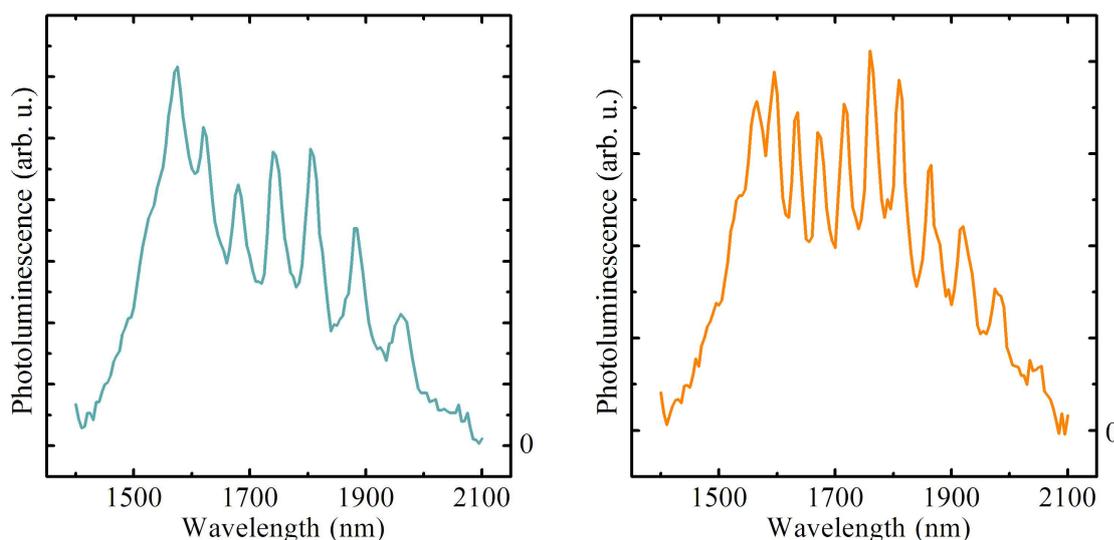


FIGURE 3.4.10: Spectres de photoluminescence de microdisques de 5 (a) et 7 μm (b) de diamètre

l'émission du substrat (figure 3.3.1b page 81) une forte structuration. Les modes de galerie ne sont pas les seuls modes à pouvoir s'établir dans cette géométrie circulaire. Les modes Fabry-Pérot, qui sont attendus dans le cas de guides ridges, peuvent rentrer en concurrence. La figure 3.4.11 montre ces deux types de modes pouvant être observés dans la géométrie des microdisques. Il n'est pas attendu d'effet laser dans le cas d'oscillations Fabry-Pérot, le gain étant insuffisant pour

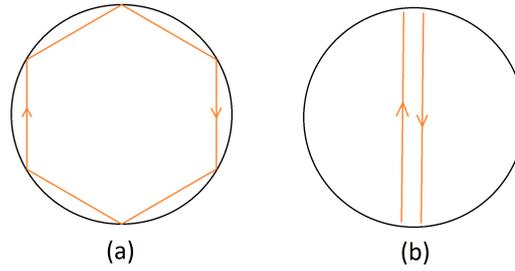


FIGURE 3.4.11: Deux types de modes peuvent s'établir dans les microdisques : des modes de galerie (a) ou des modes Fabry-Pérot (b).

compenser les pertes lors des réflexions à la périphérie. On cherche alors à déterminer lesquels de ces deux types de modes est observé, en se basant sur l'intervalle spectral libre (ISL). Le calcul de l'ISL est en effet différent pour ces deux types de modes.

$$ISL_{galerie} = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2\pi n_{eff} R}$$

$$ISL_{Fabry-Pérot} = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{4n_{eff} R}$$

où λ_1 et λ_2 sont les résonances où l'on calcule l'ISL, n_{eff} , l'indice effectif de mode et R le rayon du microdisque. Le calcul de l'indice effectif de mode d'une couche de 250 nm de germanium suspendue dans l'air donne la valeur de 3.6. Pour cette valeur, les ISL expérimentaux se recoupent nettement mieux avec le calcul de l'ISL des modes Fabry-Pérot qu'avec celui des modes de galerie. On en vient donc à déduire qu'il s'agit de modes Fabry-Pérot dans la largeur.

Facteur de qualité

Par rapport aux micro-résonateurs en silice où en matériau III-V, on peut tout d'abord s'étonner du facteur de qualité plus faible de plusieurs ordres de grandeur. Cependant, lorsque l'absorption est le facteur limitant dans la structure, le facteur de qualité est de la forme

$$Q = \frac{2\pi n}{\alpha \lambda}$$

où n est l'indice, λ la longueur d'onde et α l'absorption. Le fort dopage nécessaire du germanium introduit une absorption par porteurs libres élevée. En deçà de l'énergie de bande interdite du germanium, donc au dessus en longueur d'onde, l'absorption dans le germanium est entièrement imputable aux porteurs libres. Le seul niveau de dopage de $1\sim 2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ introduit à 1700 nm une absorption par porteurs libres de l'ordre 100 cm^{-1} dans l'estimation la plus faible. Le facteur de

qualité théorique maximal est alors de 1300, là où expérimentalement on observe une valeur aux alentours de 100. À ces pertes viennent cependant s'ajouter les pertes par diffusion sur le pied de GaAs et celles dues à la faible réflectivité à l'interface pour les modes Fabry-Pérot.

Décalage spectrale et contrainte

Nous nous intéressons maintenant à l'influence d'un dépôt de nitrure sur ces microdisques. La figure 3.4.12 montre le spectre de photoluminescence d'un microdisque de $7\ \mu\text{m}$ de diamètre, identique à celui étudié à la section précédente 3.4.3. La photoluminescence est excitée par un laser continu à 532 nm. La puis-

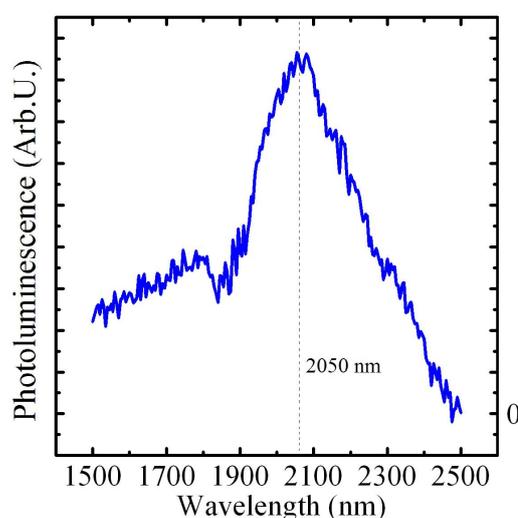


FIGURE 3.4.12: Spectre de photoluminescence d'un microdisque de $7\ \mu\text{m}$ de diamètre recouvert de nitrure.

sance optique est de 15 mW. D'autres mesures à puissance plus faible ont donné des spectres équivalents. Dans la partie ascendante du spectre on observe l'absorption parasite autour de 1870 nm déjà rencontré au paragraphe 2.4.3 page 55. Le maximum de photoluminescence se situe à 2050 nm. Le décalage par rapport à du germanium relaxé est donc de 500 nm. Pour remonter à la déformation, il reste à déterminer si cette photoluminescence provient de recombinaisons de trous lourds ou de trous légers. Si on considère cette luminescence comme associée aux trous lourds, la déformation du germanium serait de 2.5%. A ce stade de déformation, les trous légers devraient largement dominer la photoluminescence, donc prendre les trous lourds comme bande de recombinaison est ici absurde. Il s'agit donc de recombinaisons de trous légers, pour lesquelles la déformation biaxiale correspondante est de 1.11% d'après l'expression $\Delta E_{pl} = -17.5\varepsilon_{\parallel}$.

Au chapitre 1, à la figure 1.4.4 page 36 nous avons vu que pour un dopage de $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ et une déformation de 1%, la densité de porteur requise pour atteindre la transparence est de $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. La densité de porteurs photo-générés est donnée par l'expression

$$n_{ph} = \frac{\alpha I \tau}{h\nu}$$

où α est le coefficient d'absorption, τ le temps de recombinaison, Ici, avec 15 mW focalisé à 532 nm de longueur d'onde, compte tenu du volume de ce microdisque de $40 \mu\text{m}^{-3}$, la densité de porteurs photo-générés $n_{ph} = \alpha I \tau / h\nu$ est en moyenne dans le volume de $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. On a ici un dopage du même ordre, estimé à $1-2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, et une déformation de 1.1%. Le seuil de transparence est donc théoriquement atteint. On observe toutefois une disparition de la structuration observée sans déformation. On s'attend pourtant avec la contrainte à une diminution voire une annulation des pertes. Les modes observés sans nitrure ne devraient donc pas disparaître mais au contraire être amplifiés. On doit donc expliquer deux phénomènes : la disparition des modes Fabry-Pérot après dépôt de nitrure, et l'absence de modes de galerie dans un milieu théoriquement à gain.

Disparition des modes

Après dépôt de nitrure, entre les figures 3.4.10 et 3.4.12, on observe une disparition de la structuration. Le dépôt de nitrure fait également chuter le contraste d'indice à la surface du germanium diminuant ainsi la réflectivité. Sous incidence normale, la figure 3.4.13 (a) montre la transmission de la structure Ge/nitrure/air en fonction de la longueur d'onde pour trois épaisseurs de nitrure différentes. L'épaisseur déposée sur les flancs n'est pas connue avec précision, mais se situe aux alentours de 250 nm. Sur la figure, on constate que pour une épaisseur de $250 \text{ nm} \pm 10\%$, la transmission du dispositif est autour de son maximum, et est supérieure à 80% sur toute la plage d'émission. Au maximum du signal, la transmission est au moins de 95%. La possibilité d'obtenir une oscillation Fabry-Pérot à 2050 nm est donc grandement diminuée par rapport au dispositif sans nitrure, pour lequel la transmission est de 40% à l'interface.

Par ailleurs, les modes qui sont observés à la figure 3.4.10 page 118, apparaissent au delà de la bande interdite directe, dans une zone où l'absorption est plus faible (bande interdite indirecte). Après déformation, la bande interdite directe du Ge est décalée vers les plus grandes longueurs d'onde, rendant plus difficile l'observation des modes.

Cette argumentation ne concerne pas les modes de galerie qui se propagent par réflexion interne totale. Leur absence dans un milieu théoriquement amplificateur doit trouver une autre explication.

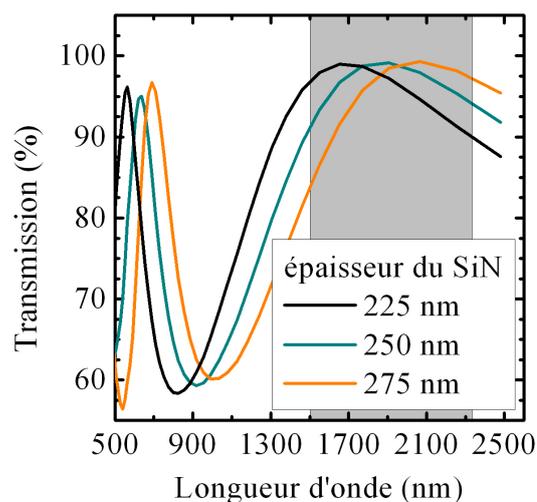


FIGURE 3.4.13: Transmission de la structure Ge/nitrure/air en fonction de la longueur d'onde pour les épaisseurs de nitrure 225, 250 et 275 nm. La zone grisée marque la plage d'émission du microdisque d'après la figure 3.4.12.

Épaisseur de la zone de gain et recouvrement

Comme nous l'avons mentionné dans la section 3.4.3, le cintrage observé signifie l'existence dans l'épaisseur d'un gradient de déformation dans l'épaisseur. L'amplitude entre valeur minimale et maximale de la déformation est de 1.2%. La zone la plus déformée se trouve être la surface. Cette zone de grande déformation à la surface est la zone où les porteurs sont générés. De plus, la zone la plus déformée est celle où le rendement de luminescence est maximal, et c'est donc la luminescence de la zone la plus déformée qui va dominer le spectre. Ceci nous garantit que la mesure de déformation par luminescence nous donne la valeur maximale dans la structure.

Ainsi, avec 1.1% de déformation maximale et un gradient de 1.2% d'amplitude, la zone pour laquelle le seuil de transparence de 1% est atteint fait moins de 25 nm sur les 250 nm d'épaisseur. Ainsi, seulement 10% de la couche de germanium est active.

Il est important de noter que les 90% restants sont partiellement transparents à l'émission à $2 \mu\text{m}$ de longueur d'onde de ces 25 nm. Le germanium peu déformé a une énergie de bande interdite directe de 0.8 eV, plus élevée que dans la zone déformé à 1%, où la bande interdite directe est de 0.6 eV. L'énergie du rayonnement à $2 \mu\text{m}$, 0.62 eV, est trop faible pour provoquer une transition interbande dans le germanium peu déformé. L'absorption en bande interdite indirecte étant très faible, l'absorption présente dans la partie peu déformée est essentiellement due

aux porteurs libres.

La figure 3.4.14 présente le calcul en (a) du diagramme de bande par $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$ et en (b) de la distribution de porteurs sous SILVACO pour une structure différente, où le gradient de déformation dans le germanium est de 0.4% et l'épaisseur de 500 nm. On observe sur cette figure en (b) que le gradient de déformation introduit un

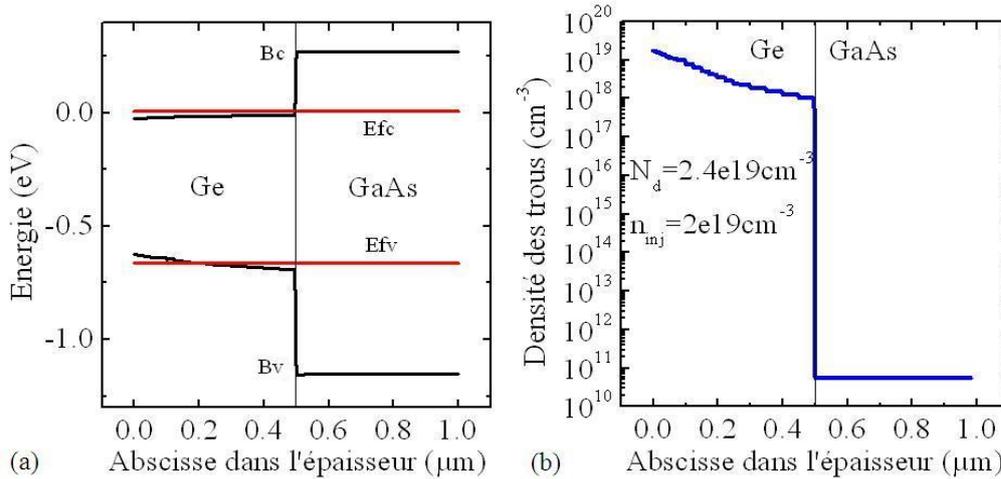


FIGURE 3.4.14: (a) Diagramme de bande calculé par $\mathbf{k}\cdot\mathbf{p}$, prenant en compte un gradient de déformation dans l'épaisseur du germanium. Le gradient fait ici 0.4%. (b) Distribution des trous calculée sous Silvaco à partir de ce diagramme de bande. Les niveaux de dopage et d'injection indiqués sur la figure sont pris en compte pour calculer cette distribution de photoporteurs.

confinement des trous photogénérés dans la partie la plus déformée.

Dans le cas des microdisques, pour obtenir une borne inférieure de l'absorption par porteurs libres, nous pouvons faire l'hypothèse que tous les porteurs photogénérés sont dans la zone active du fait de ce confinement. L'absorption par porteurs libres dans la zone sans gain serait alors limitée à celle induite par le dopage. En considérant un dopage de seulement 10^{19} cm^{-3} , l'absorption par porteurs libres à $2 \mu\text{m}$ de longueur d'onde peut être estimée à 90 cm^{-1} [34].

Le recouvrement du mode guidé avec la zone de gain est présenté à la figure 3.4.15. En (a) est représenté le confinement dans une structure 1D où l'empilement des couches est identique à celui des microdisques. La figure en (b) est imparfaite dans la mesure où elle présente le guidage dans un guide Fabry-Pérot de même section. Cette approximation est devenue nécessaire face à la complexité de la modélisation des modes de galerie. Cependant, le confinement vertical est analogue dans les deux types de cavité. Le recouvrement de la densité d'énergie dans la figure présentée est de 5% avec la zone active et de 60% avec le germanium absorbant.

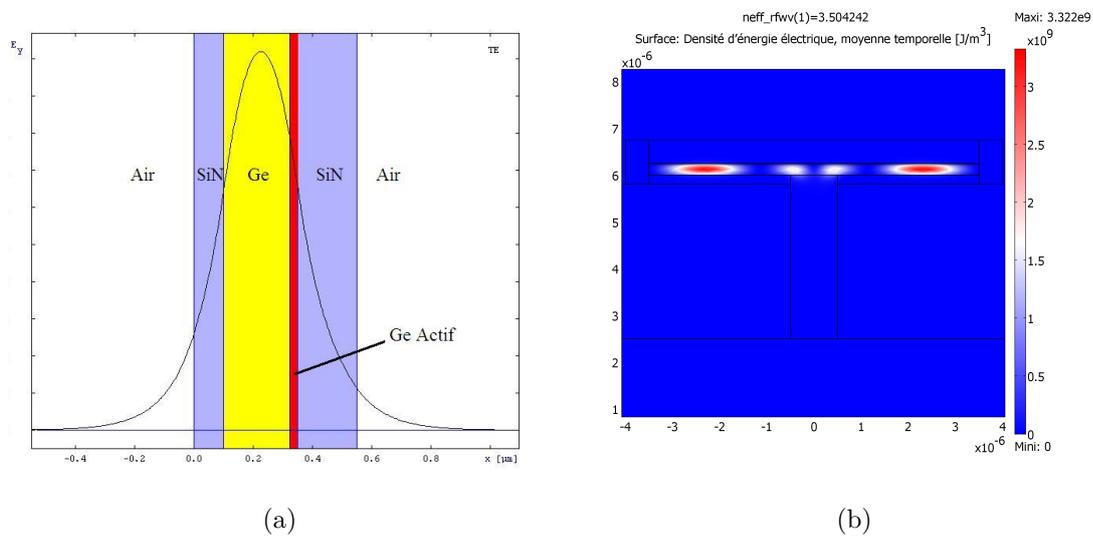


FIGURE 3.4.15: Recouvrement du mode avec la zone de gain. (a) Simulation 1D du champ électrique dans la zone de gain. (b) Simulation 2D de la densité de champ pour une émission autour de $1.7 \mu\text{m}$ dans une structure ridge de section analogue aux microdisques. Le recouvrement du champ avec la zone de gain est inférieur à 5%.

Pour compenser la seule absorption porteurs libre de 90 cm^{-1} , le gain optique dans la zone active de 25 nm devrait être de plus de 1000 cm^{-1} .

Cette estimation est évidemment préliminaire. L'épaisseur réelle de la zone de gain, la valeur du gain, la distribution précise des trous, la valeur exacte du dopage et le profil du mode de galerie serait requis pour une évaluation fiable du gain dans cette structure.

Perspectives sur les microdisques

Dans la configuration actuelle du design, le cintrage introduit une zone de perte importante. Telle quelle, la structure paraît inapte à montrer un effet laser. Nous avons néanmoins démontré que des contraintes très élevées pouvaient être introduites dans le germanium en surface par ce procédé de dépôt de nitrure sur microdisques.

Restreindre le dopage à la seule zone active pourrait éliminer l'absorption par porteurs libres parasite. Le procédé de dopage GILD semble alors apporter une solution concrète, du fait de ses limitations en épaisseur dopée.

Constatons également que les 90% inactif de germanium dans cette structure pourraient être remplacés par un matériau différent, tel que l'AlGaAs où le silicium. Ceci permettrait de localiser les contraintes faibles ou en compression dans un matériau n'introduisant pas d'absorption par porteurs libres. Par ailleurs cette approche augmenterait le confinement dans la zone active, du fait du plus faible indice optique de ces matériaux. La fabrication d'une telle structure est à l'étude.

Pour terminer, ces premières mesures faites sur des microdisques n'ont pas permis de mettre en évidence les modes de galerie. Des mesures faites ultérieurement dans l'équipe ont depuis mis en évidence des modes de galerie avec des facteurs de qualité plus élevés que ceux des modes Fabry-Pérot.

3.5 Conclusion

Nous avons montré que l'utilisation de dépôt contraint de nitrure permet d'appliquer une déformation importante au germanium. L'optimisation des paramètres du nitrure permet d'atteindre des contraintes de plusieurs gigaPascals, mais au prix d'une épaisseur critique plus faible. Des simulations numériques par éléments finis nous ont permis d'étudier les tendances de la déformation en faisant varier les paramètres géométriques. Pour utiliser efficacement ces contraintes, l'utilisation de couches minces de germanium sur GaAs s'est révélée plus adaptée que les substrats de germanium. Les gravures droites ont montré en simulation une déformation positive dans l'ensemble du guide. L'élimination du GaAs sous le germanium permet d'augmenter les contraintes maximales mais en contrepartie cinte la structure.

Deux types de guides, ridges et microdisques, ont été réalisés. Les premiers ont montré d'importantes déformation uniaxiales, les seconds une déformation théoriquement suffisante pour obtenir un effet laser sous pompage optique continu. L'estimation juste du cintrage en simulation n'est possible qu'en supposant une dépendance des propriétés mécaniques du dépôt en fonction de l'orientation de la surface de dépôt. Un cintrage tel qu'observé expérimentalement génère des zones de pertes par absorption par porteurs libres. Par ailleurs, la proportion active de la couche est faible, et le recouvrement du mode avec la zone active limitée.

D'autres pistes sont à l'étude pour exploiter le cintrage introduit par la sous-gravure, en partant de couches épitaxiées plus complexes. Cependant, pour nos substrats de Ge sur GaAs, l'optimisation de la déformation par sous-gravure chimique semble contre productive. Comme nous allons le voir, à partir de ces substrats, les structures gravées par ICP se sont révélées expérimentalement plus intéressantes.

Points clés

Intérêt des dépôts de nitrure pour appliquer une déformation

- ❑ Le nitrure de silicium par PECVD peut être utilisé pour déformer le germanium. Ses propriétés optiques (transparence dans le visible et l'infrarouge proche), électriques (isolant), passivantes et surtout ses fortes contraintes internes en font un matériau intéressant dans la recherche d'un laser germanium sous pompage optique.
- ❑ Une structuration adaptée du germanium permet d'optimiser le transfert de contrainte et donc la déformation en limitant la quantité de matériau à déformer. La sous-gravure permet de limiter la déformation au seul matériau utile, mais introduit un important gradient de déformation dans l'épaisseur.
- ❑ L'épaisseur de nitrure déposée peut être optimisée pour maximiser l'absorption par la surface et la réflectivité aux facettes.
- ❑ Les dépôts de nitrure se sont révélés adaptés pour appliquer une déformation à deux types de cavités standards, les cavités Fabry-Pérot (1.07% de déformation uniaxiale obtenue) et les microdisques (1.11% de déformation biaxiale).
- ❑ Le dépôt PECVD est compatible avec les procédés standards de fabrication en microélectronique, tout en offrant des déformations largement supérieures à celles obtenues en germanium sur silicium.

Publications

- ❑ "Tensile strained germanium for silicon photonics", M. de Kersauson, A. Ghrib, M. El Kurdi, S. David, X. Checoury, G. Beaudoin, R. Jakomin, I. Sagnes, S. Sauvage, G. Fishman, P. Boucaud. Oral, *SPIE Silicon Photonics VII*, San Francisco, du 21 au 26 Janvier 2012.
- ❑ "Control of tensile strain in germanium waveguides through silicon nitride layers", A. Ghrib, M. de Kersauson, M. El Kurdi, R. Jakomin, G. Beaudoin, S. Sauvage, G. Fishman, G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski, I. Sagnes, and P. Boucaud. *Applied Physics Letters* 100, 201104 2012
- ❑ "Strain engineering for optical gain in germanium" M. El Kurdi, M. de Kersauson, A. Ghrib, M. Prost, S. Sauvage, R. Jakomin, G. Beaudoin, O. Mauguin, L. Largeau, I. Sagnes, G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski, P. Boucaud. Présentation orale invitée. *5th SiGe, Ge, & Related Compounds : Materials, processing, and devices Symposium*, 2012. Joint

international (222nd) electrochemical society meeting, Honolulu, Hawaii, October 7-12, 2012. ECS Transactions, 50 (9) 363-370 (2012)

Chapitre 4

Fils photoniques

Nous avons montré au chapitre 1 que la combinaison du dopage et de la déformation mène à l'obtention d'un gain optique dans le germanium. Cependant les couches épitaxiées du chapitre 2 comme les structures déformées du chapitre trois n'ont pas pu confirmer ce fait. Les structures présentées ici sont antérieures et la déformation appliquée est plus faible. Bien que le gain y soit théoriquement moindre, celles-ci ont démontré une émission guidée amplifiée. Nous commençons par détailler le procédé de fabrication et les différences par rapport aux structures présentées au chapitre 3. Nous nous attacherons ensuite dans l'ordre à présenter l'étude de la photoluminescence, les mesures par éclairage variable permettant la démonstration du gain, puis la corrélation avec les simulations et l'évolution de la largeur à mi-hauteur.

4.1 Fabrication des fils

Comme pour la plupart des structures présentées dans ce manuscrit, les couches de germanium utilisées ont été épitaxiées par MOCVD au LPN sur un substrat de GaAs. Pour notre expérience, 500 nm de Si_3N_4 ont été déposés à 300°C et à basse fréquence sur une couche de germanium de 500 nm d'épaisseur.

Dans la configuration de dépôt choisie les contraintes dans la couche de nitrure sont de 1 GPa en compression. Le dessin des fils photoniques a été effectué par lithographie électronique au RAITH 150 en utilisant les paramètres suivant :

- enrésinement : 300 nm de résine MAN 2403 recuite à 90°C pendant 1 min 30 s.
- insolation : faisceau de diaphragme 10 μm accéléré sous 20 keV. La dose choisie est $120 \pm 20 \mu\text{C.cm}^{-2}$.
- révélation : 45 s dans un bain de MIF726

Les dimensions de ces structures sont 50 μm de long par 1 μm de large. La couche de nitrure est gravée par gravure ionique réactive (RIE). L'apparition des flancs de

la structure permet à la couche de nitrure de relaxer latéralement une partie des contraintes internes. La couche de germanium est alors gravée par gravure plasma à couplage inductif (ICP) fluoré. La libération de la force accumulée dans le Si_3N_4 dans la direction perpendiculaire aux structures entraîne l'élongation latérale du germanium. Afin de maximiser ce transfert de contrainte, le substrat de GaAs est sous-gravé par ICP en utilisant une recette anisotrope à base de BCl_3 et de Cl_2 . La résine étant incompatible avec cette gravure, elle est retirée et la couche de nitrure sert de masque pour cette étape. La sélectivité vis à vis du nitrure dans cette gravure n'est pas parfaite, et l'épaisseur de nitrure diminue de 500 à 230 nm.

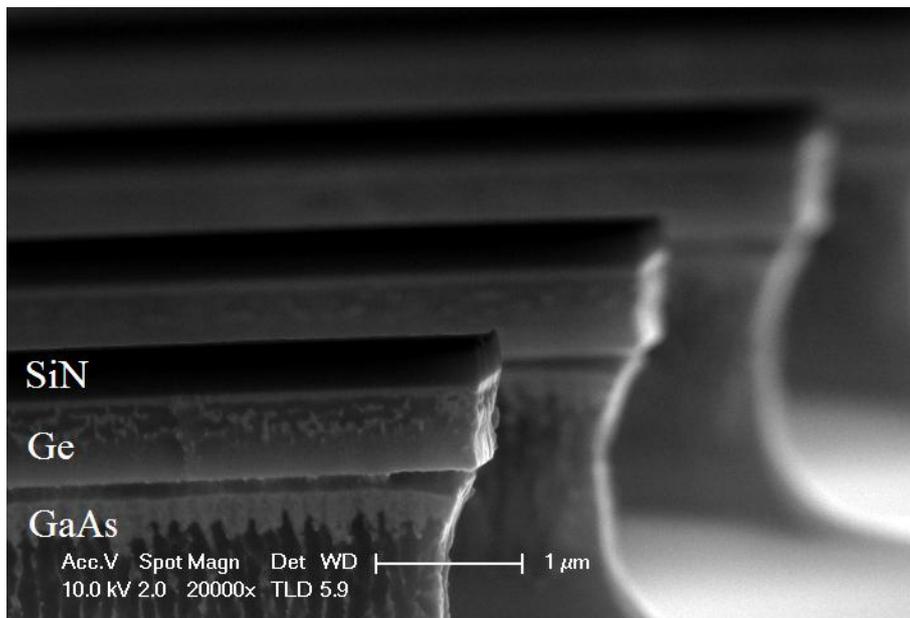


FIGURE 4.1.1: Image par microscope électronique à balayage d'une rangée de fils photoniques. La couche sombre correspond au nitrure. Dessous apparaît le germanium puis le GaAs dont la gravure est courbe. On observe une rugosité de l'ordre de 50 nm sur les flancs du germanium. La sous-gravure du GaAs est accentuée au niveau de l'interface.

La figure 4.1.1 montre une image au microscope électronique à balayage de la structure ainsi fabriquée. Des imperfections sont visibles sur les flancs de la structure. En prenant l'échelle en compte, la gravure est clairement perfectible. Les facettes ne sont par ailleurs pas parfaitement verticales. La gravure du GaAs suit un profil incurvé, sauf à proximité du germanium où un renforcement marque une gravure accentuée. La figure 4.1.2 (a) montre le profil de déformation ε_{xx} calculé dans

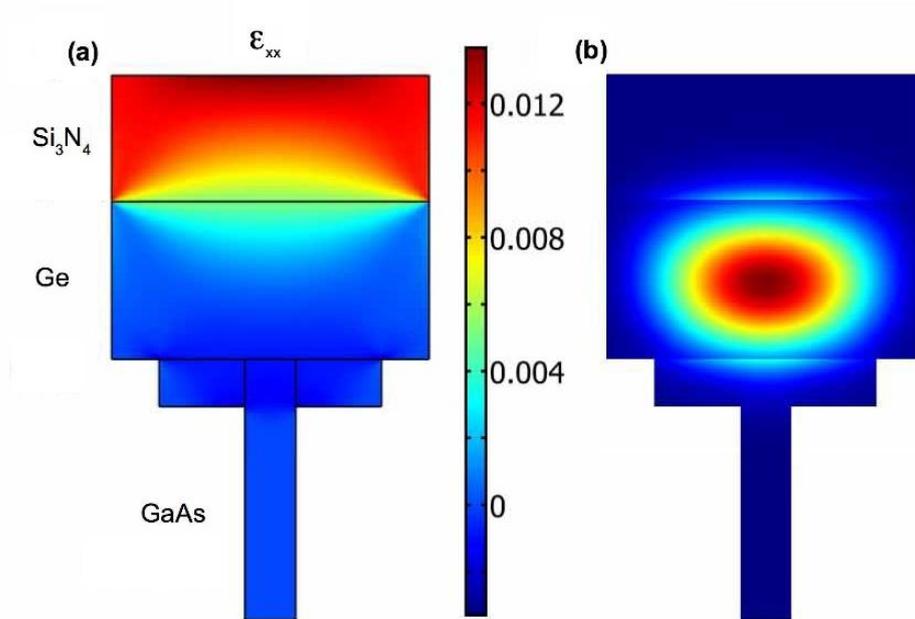


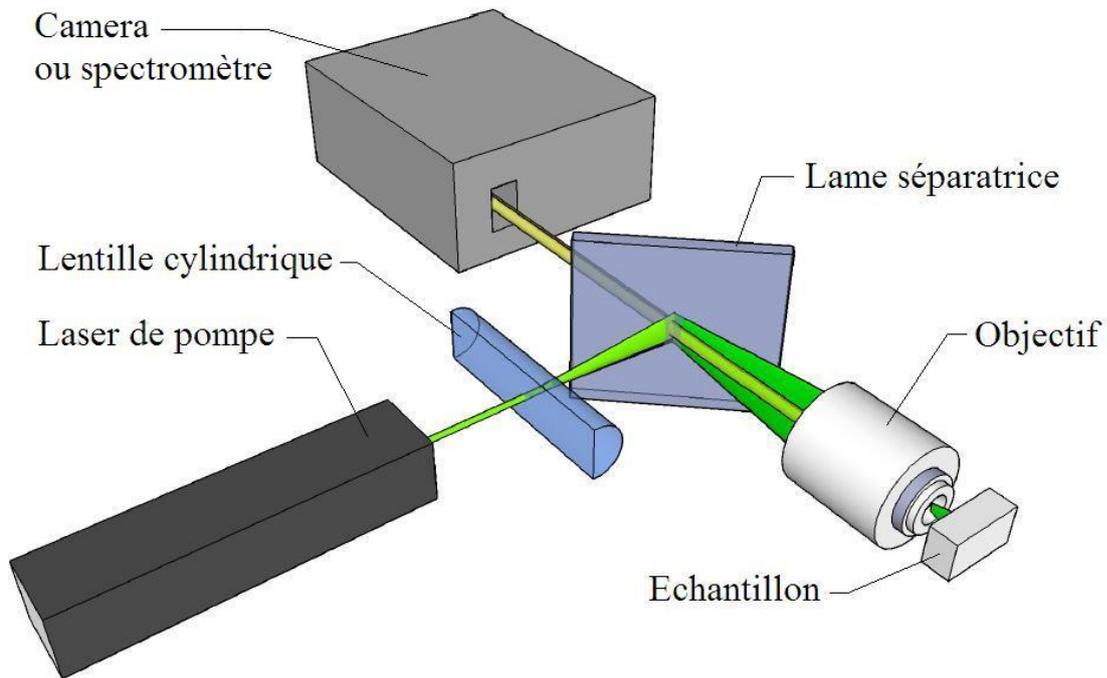
FIGURE 4.1.2: (a) Champ de déformation ϵ_{xx} calculé dans la direction perpendiculaire à la direction du fil. Le dessus du fil de Ge est en tension (0.6%). Le germanium en profondeur, à proximité de l'interface avec le GaAs, est en compression. La barre de couleur indique l'amplitude de la déformation. (b) Profil à deux dimensions du mode polarisé TM.

le cadre d'une modélisation par éléments finis à l'aide de COMSOL Multiphysics. On constate que la déformation transférée est inhomogène, passant d'une tension en surface, à une compression à l'interface avec le GaAs. Néanmoins, une déformation uniaxiale de 0.6% est calculée à proximité de la surface du fil, et plus de la moitié de l'épaisseur de germanium est en tension. Les guides sont orientés suivant $\langle 110 \rangle$, ce qui introduit une composante de cisaillement dans la déformation[5]. Cette orientation permet malgré tout une nette augmentation du rendement d'injection pour des déformations inférieures au pourcent (cf. figure 1.4.2 page 33). La figure 4.1.2 (b) montre un calcul du profil du mode polarisé TM dans une section de guide, où l'on peut observer le bon confinement du mode à l'intérieur de la couche de germanium.

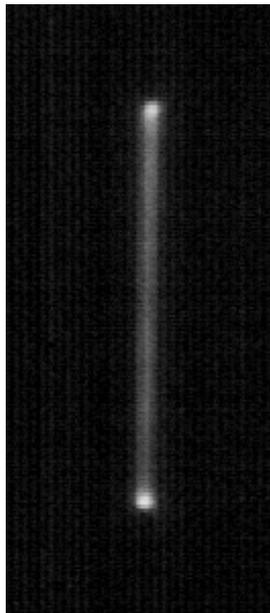
4.2 Photoluminescence

Toutes nos mesures sont effectuées à température ambiante. La figure 4.2.1 (a) présente le schéma du dispositif. Les fils photoniques sont pompés optiquement à l'aide d'un laser continu 532 nm. L'utilisation de cette longueur d'onde se justifie par la forte absorption du germanium dans le vert, autour de $5 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$ [65]. Cela présente l'avantage de localiser l'absorption près de la surface, là où la déformation du germanium est maximale. La combinaison d'une lentille cylindrique et d'un objectif est utilisée pour obtenir un étalement du faisceau le long du fil pour une illumination homogène. Les 230 nm d'épaisseur de Si_3N_4 sont anti-réfléchissants pour le laser de pompe. Ils permettent également de passiver la surface et de limiter ainsi les pertes mais leur rôle essentiel reste d'appliquer la déformation. L'émission est collectée par la surface[67]. Elle est détectée par deux types de photodétecteurs : un détecteur germanium refroidi à l'azote et un détecteur au sulfure de plomb (PbS) d'une détectivité plus faible mais d'une longueur d'onde de coupure plus élevée. La figure 4.2.1 (b) montre à gauche une image en champ lointain de la luminescence d'un fil obtenue à température ambiante à l'aide d'une caméra InGaAs. Le signal de photoluminescence est collecté sur l'ensemble du fil. Bien que l'intégralité du fil émette, on observe à l'image une luminescence accentuée aux facettes.

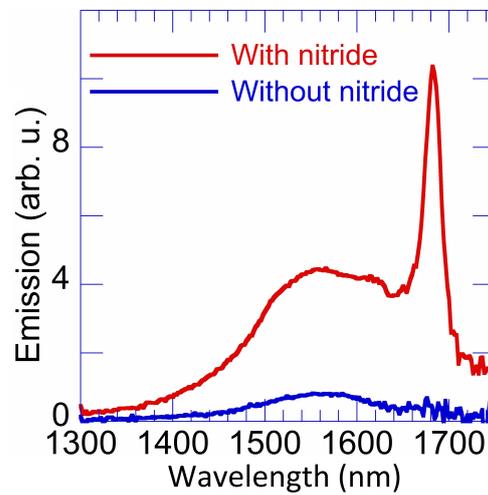
Cette augmentation suggère qu'une proportion significative de la lumière est guidée plutôt que directement diffusée. Bien que nous ne collectons pas la lumière suivant l'axe du fil, les imperfections de rugosité du guide diffusent une partie de l'émission. La forte ouverture numérique (0.9) de l'objectif utilisé nous permet de collecter une partie de la lumière guidée diffusée aux facettes. L'amplitude de l'émission aux facettes est 5 fois plus élevée que dans la partie centrale du guide. En dehors des facettes, l'émission diffusée par l'axe du guide est très homogène, ce qui tend à garantir que le pompage est homogène sur toute la longueur du guide.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.2.1: (a) Schéma du dispositif. (b) Luminescence à température ambiante d'un fil photonique observé par une caméra InGaAs. La longueur totale est de $50 \mu\text{m}$. Une augmentation de l'émission diffusée est observée aux facettes. (b) Spectres d'émission d'un fil photonique avec et sans couche de nitrure.

La figure 4.2.1 (c) montre le spectre de luminescence collecté sous un pompage de 20 mW, correspondant à une intensité de 6 kW.cm^{-2} . Une luminescence large autour de 1560 nm est attribuée à la proportion de germanium pas ou peu déformée. Une fine luminescence autour de 1680 nm se superpose à la luminescence large et est attribuée à la partie en tension, comme il sera développé plus loin. Cette figure montre également la luminescence du germanium après retrait de la couche de nitrure à l'acide fluorhydrique. Seule la luminescence large peut alors être observée, démontrant l'association entre la résonance fine et la présence du nitrure en tension. Ajoutons que, bien que plus faible, la luminescence du germanium relaxé est toujours détectable sans nitrure. Le rôle passivant du nitrure[61] n'influence que la densité de porteurs. Le nitrure est transparent dans l'infrarouge et la différence entre les deux spectres n'est donc pas due à une absorption. On en revient donc à associer cette résonance à la déformation appliquée. La longueur d'onde de résonance varie d'un fil à l'autre, leur largeur variant légèrement sur le masque. La largeur influe sur la longueur d'onde de résonance par le biais de la déformation. En effet toute modification de la largeur modifie les libertés de relaxation du nitrure et du germanium, donc le profil de la déformation.

Une luminescence aux alentours de 1680 nm correspond à 0.8% de déformation uniaxiale si nous considérons que cette luminescence provient des recombinaisons avec les trous légers (cf. équation 1.2.11 page 18). Cette valeur est proche de celle calculée à la figure 4.1.2 (a). Comparée à l'émission large qui est directement émise, la largeur à mi-hauteur de l'émission guidée provenant du germanium déformé est fortement réduite du fait de la réabsorption. La propagation de l'émission amène en effet à creuser le signal à haute énergie du signal où l'absorption est la plus prononcée[68]. Cette diminution de la largeur à mi-hauteur a déjà été mise en évidence et discutée dans la première expérience d'électroluminescence effectuée sur des diodes en germanium [52]. Nous avons également pu mesurer en électroluminescence une émission provenant de recombinaisons en Γ du germanium avec une largeur à mi-hauteur de 40 nm[69], inférieure aux $1.8 k_B T$ de largeur attendus pour la luminescence en bande interdite directe d'un semi-conducteur. Cette largeur réduite pour l'émission guidée en faible régime d'excitation ne prouve donc pas la présence de gain dans ces fils photoniques. Nous avons alors étudié la dépendance de l'émission en fonction de la longueur de guide illuminée en suivant une méthode d'éclaircissements de longueurs variables, en anglais variable strip length (VSL) [70, 71].

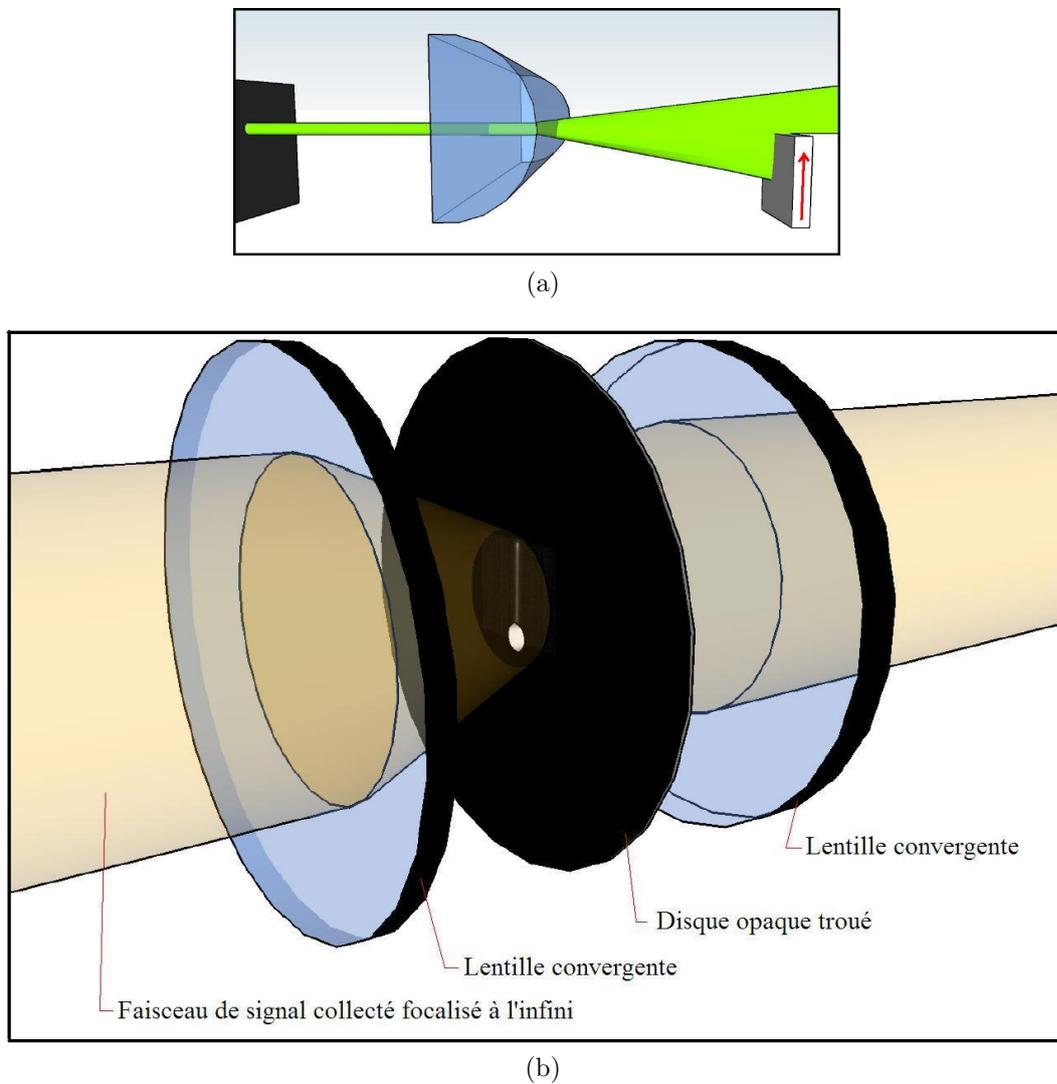


FIGURE 4.3.1: Dispositifs ajoutés pour les mesures VSL. (a) Dispositif d'occultation partielle du faisceau étendu. (b) Dispositif de filtrage spatial du signal collecté. Le disque opaque troué est placé au point focal des deux lentilles. La superposition du trou et de l'image de la facette permet de ne laisser passer que le signal en provenance de celle-ci. Le faisceau comme l'image du fil sont représentés en fausses couleurs. Dans les faits, signal et image sont dans l'infrarouge.

4.3 Mesures du gain par variation de la longueur d'éclairage

Le principe de la VSL consiste à illuminer des longueurs variables du même guide et d'observer l'évolution de l'émission à la facette. L'objectif est de trouver une sur-linéarité de l'augmentation de l'émission de la facette en augmentant la longueur éclairée, montrant que l'émission est amplifiée. Tout en gardant le montage représenté à la figure 4.2.1 (a), deux dispositifs, représentés à la figure 4.3.1, sont ajoutés :

- en aval de la lentille cylindrique, une lame vient occulter partiellement le faisceau (figure 4.3.1 (a)). En conséquence le guide n'est que partiellement illuminé et la longueur d'éclairage est contrôlée par la position de la lame.
- en amont du spectromètre, la lumière collectée de la partie illuminée du guide est filtrée spatialement (figure 4.3.1 (b)). Pour cela, un masque opaque troué est placé au point focal commun de deux lentilles sur le chemin optique. En plaçant le trou au niveau de l'image de la facette, par filtrage spatial nous n'extrayons alors que l'émission de la facette et de son environnement immédiat.

Un signal de fond d'émission spontanée non-guidée est toujours présent dans les mesures même à faible longueur illuminée. En effet, le filtrage spatial ne permet pas de collecter l'émission guidée sans collecter également l'émission spontanée de la facette. Dans le paragraphe qui suit, ce signal de fond a été déterminé par interpolation linéaire depuis les longueurs 10 et 20 μm d'éclairage, puis soustrait. Après cette soustraction, la largeur de l'émission autour de 1680 nm est similaire à celle montrée à la figure 4.2.1 à droite.

La figure 4.3.2 montre les spectres d'émission collectés de la facette uniquement, en fonction de la longueur éclairée. La puissance incidente est de 20 mW. Suivant la longueur d'onde considérée, l'amplitude du signal montre un comportement sur ou sous linéaire en fonction de la longueur d'éclairage. La figure 4.3.2 (b) montre le comportement pour la longueur d'onde 1684 nm où une augmentation sur-linéaire est observée. Pour une émission guidée, on s'attend dans un modèle simple à une dimension à ce que le flux collecté à l'extrémité suive la dépendance suivante :

$$I(\lambda, l) \propto \frac{1}{g(\lambda)} (e^{g(\lambda)l} - 1) \quad (4.3.1)$$

où $g = g_0 - \alpha$ est le gain optique net, g_0 le gain modal et α les pertes optiques[70]. Lorsque g est positif, il y a amplification.

Nous négligeons les contributions de la lumière réfléchie sur la facette opposée car aucune frange Fabry-Pérot n'est venue contraster ces spectres, comme il serait attendu si la réflectivité s'était révélée suffisante. L'ajustement du modèle aux

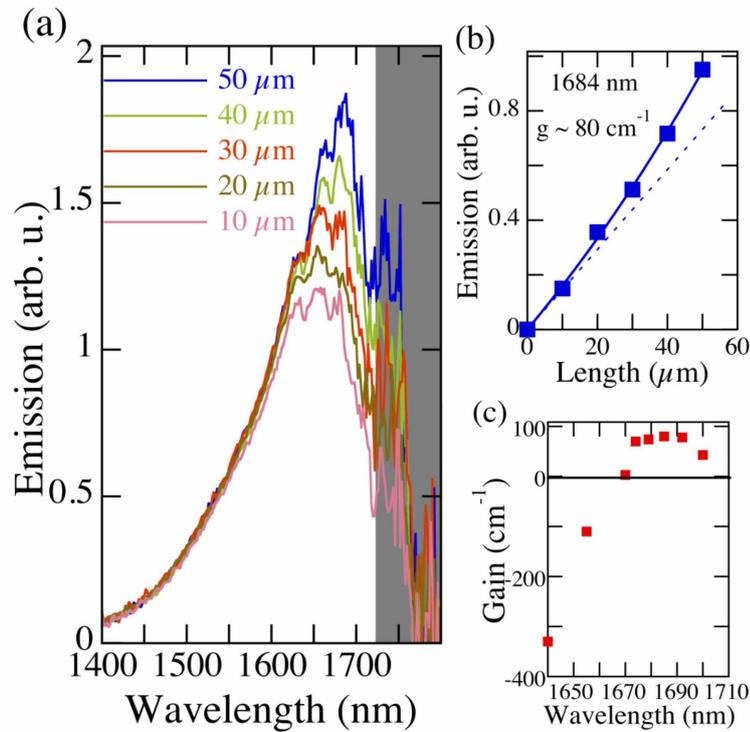


FIGURE 4.3.2: (a) Spectres d'émission d'un fil photonique collectés depuis une des facettes en fonction de la longueur de pompage et mesurés à l'aide d'un dispositif confocal. La zone grisée met en valeur la gamme de longueur d'onde en limite de coupure de notre détecteur, où le signal est bruité. (b) Dépendance de l'amplitude d'émission à 1684 nm après soustraction du fond d'émission, en fonction de la longueur de pompage. La ligne pleine est la représentation de l'équation 4.3.1 où le paramètre g a été ajusté par la méthode des moindres carrés. La ligne en pointillé montre une évolution linéaire comme point de comparaison. (c) Dépendance spectrale du gain optique déterminé pour chaque longueur d'onde par régression comme à la figure (b). Un gain positif n'est observé que sur une fine plage de longueur d'onde.

données nous fait conclure à un gain modal $g \sim 80 \text{ cm}^{-1} \pm 20 \text{ cm}^{-1}$ (Trait plein sur la figure 4.3.2 (b)). D'autres mesures en pompe-sonde sur des guides de Ge sur Si ont donné des valeurs du même ordre (56 cm^{-1} à 1605 nm)[13].

Remarquons que la variation sur-linéaire observable en VSL est très différente d'une augmentation sur-linéaire par augmentation de puissance sur toute la longueur. Par exemple, une variation sur-linéaire à été observée en électroluminescence sur l'émission en bande interdite directe du germanium par plusieurs auteurs[72, 73]. Cette luminescence sur-linéaire est attribuée à la variation de la proportion de population en Γ par rapport à la population totale, en réaction à l'augmentation de la population totale (figure 1.4.1 page 33). En effet si l'on augmente le remplissage des bandes, la barrière de potentiel vue par les électrons pour passer de L à Γ diminue.

Pour de fortes populations photo-induites, un couplage par effet Auger peut expliquer cette augmentation de population en centre de zone. Ce couplage à été introduit pour expliquer l'émission en bande interdite directe du germanium à basse température observée sous forte excitation[8]. L'émission stimulée n'a pas été observée dans cette configuration. La figure 4.3.2 (c) montre la dépendance du gain déduite en utilisant l'équation 4.3.1 pour chacune des longueurs d'onde de la figure. Un gain positif n'est observé que sur une gamme faible de l'ordre de 35 nm avec un maximum aux alentours de 1685 nm .

En reproduisant cette série de mesures à 10 et à 7 mW , nous avons mesuré à partir de la formule 4.3.1 une valeur de gain de 20 cm^{-1} à 10 mW et un gain négatif, c'est à dire de l'absorption, pour des puissances inférieures à 7 mW .

4.4 Mesures sans filtrage spatial

Les mesures de VSL peuvent également être réalisées en collectant la lumière émise depuis l'intégralité de la partie illuminée du fil, donc sans filtrage spatial. L'amplitude du signal s'en trouve fortement augmentée. La figure 4.4.1 (a) montre la dépendance spectrale de l'émission collectée depuis la surface en fonction de la longueur illuminée.

Le fil photonique est différent de celui de la figure 4.3.2 et la longueur d'onde du maximum d'émission est légèrement différente. La dépendance du pic d'émission à 1560 nm et 1695 nm est présentée à la figure 4.4.1(b). L'émission large du germanium relaxé à 1560 nm augmente linéairement en fonction de la longueur illuminée, alors qu'à 1695 nm le comportement est sur-linéaire. Le rapport entre les deux émissions augmente donc significativement. On n'observe pas le décalage vers le rouge qui caractériserait un échauffement de l'échantillon. Des résultats similaires ont pu être obtenus pour un pompage plus faible (10 mW) bien que la sur-linéarité y soit moins marquée.

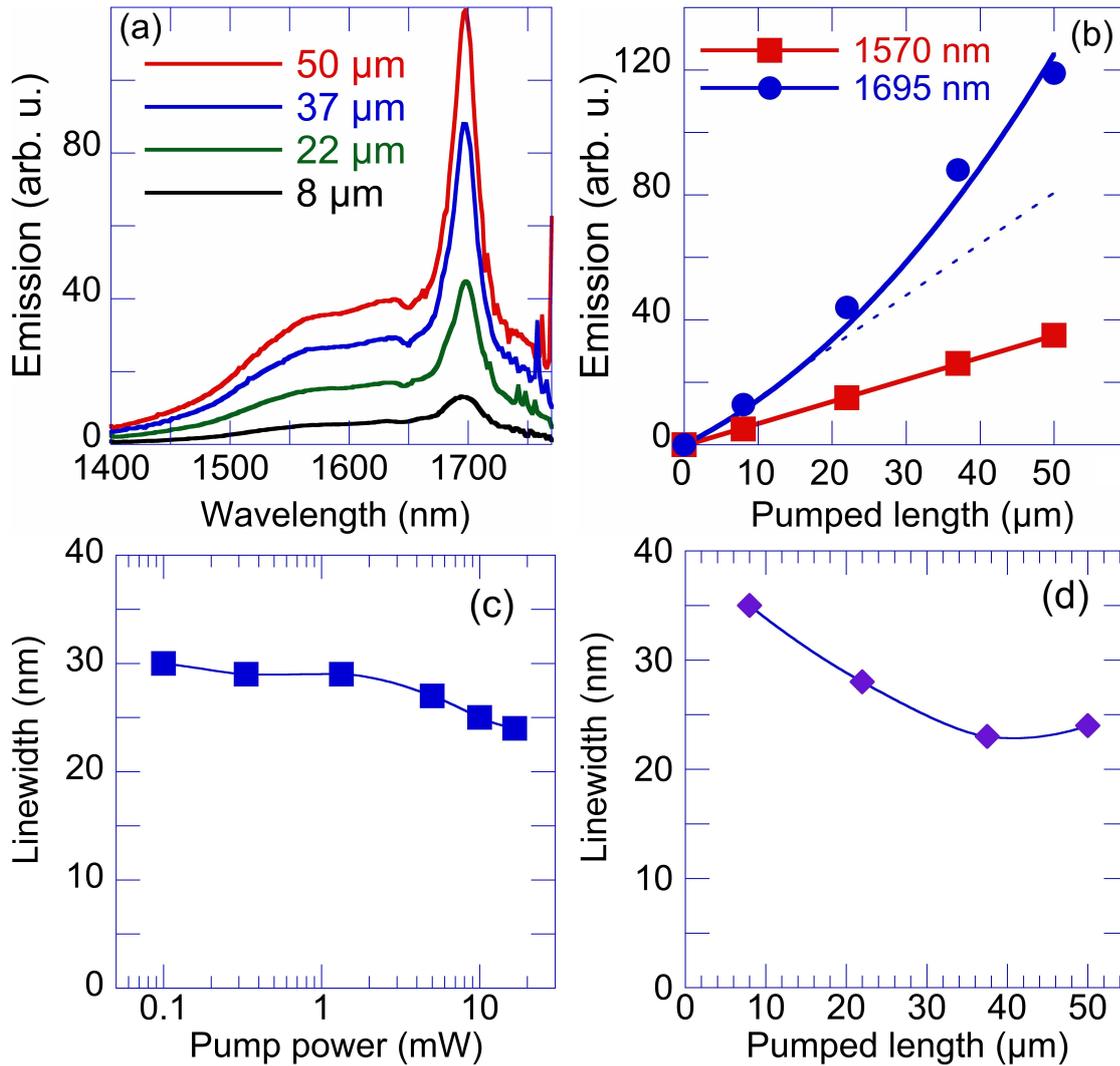


FIGURE 4.4.1: Luminescence à température ambiante d'un fil photonique unique en fonction de la longueur de pompage. La lumière est collectée depuis la totalité du guide. (b) Amplitude de l'émission à 1570 et 1695 nm en fonction de la longueur de pompage. Le trait plein rouge est une droite ajustée sur les mesures à 1570. Le comportement est linéaire. Le trait plein bleu est la représentation d'un ajustement de la formule paramétrable 4.4.1. La ligne en pointillé représente l'évolution linéaire comme point de comparaison. (c) Largeur à mi-hauteur de la résonance à 1690 nm en fonction de la puissance de pompe quand le fil est intégralement illuminé. Le trait plein est un guide pour l'œil. (d) Dépendance de la largeur à mi-hauteur de la résonance en fonction de la longueur pompée pour une puissance de pompe fixée. La ligne en trait plein est un guide pour les yeux.

Pour déterminer les différentes composantes du signal collecté, il faut prendre en compte l'émission guidée collectée de la facette, l'émission guidée diffusée par les flancs du fil et l'émission spontanée, non-guidée, provenant de l'ensemble.

Le flux reçu a donc la dépendance suivante :

$$I(\lambda, l) \propto \left[\frac{\kappa R_{sp}}{g(\lambda)} (e^{g(\lambda)l} - 1) + \frac{2R_{sp}}{g^2(\lambda)} (e^{g(\lambda)l} - 1 - g(\lambda)l) + R'_{sp}l \right] \quad (4.4.1)$$

où R_{sp} représente l'émission guidée et R'_{sp} l'émission spontanée collectée depuis la surface et non guidée. Le premier terme représente la fraction d'émission guidée collectée depuis la facette (κ est un paramètre ajustable). Le second terme représente l'émission initialement guidée mais diffusée par les flancs ou la surface. Le troisième terme représente l'émission spontanée non-guidée. Dans cette configuration, les modes les mieux diffusés par les flancs peuvent être différents des modes guidés collectés par la facette. L'augmentation sur-linéaire à 1695 nm observée à la figure 4.4.1(b), bien différente de la dépendance linéaire du germanium non contraint, est en effet une signature d'émission spontanée amplifiée. Les données expérimentales ont été confrontées à ce modèle en utilisant pour valeur de gain celle déduite à la figure 4.3.2. Le résultat après ajustement de κ est présenté à la figure 4.4.1(b) en trait plein. Un accord satisfaisant est obtenu, montrant la validité du modèle. Notons toutefois que contrairement au modèle en 4.3, ce modèle permet difficilement l'extraction d'une valeur précise du gain en raison de l'existence de plusieurs paramètres ajustables. Seule la présence de gain est assurée, confirmant la présence du gain optique démontré au 4.3.

4.5 Modélisation du gain dans la structure

En continu, la densité de porteurs photo-induits est gouvernée par les propriétés de recombinaison radiatives et non-radiatives. Comme le dopage du Ge est élevé ($N_D = 1 - 2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$), les recombinaisons Auger non radiatives vont dominer, avec un temps de recombinaison Auger donné par $\frac{1}{\tau_{Auger}} = CN_D^2$ ou C est le coefficient Auger ($C \sim 10^{-30} \text{ cm}^6 \cdot \text{s}^{-1}$)[1] correspondant à un temps de vie effectif de 10 ns. Pour une puissance incidente de $6 \text{ kW} \cdot \text{cm}^{-2}$, la densité de porteurs injecté est estimée à $1 - 2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Précisons que la géométrie de la structure limite la diffusion des porteurs, permettant ainsi d'obtenir d'aussi fortes densités. Nous avons calculé le gain optique qui peut être attendu avec de telles densités dans un formalisme $\mathbf{k} \cdot \mathbf{p}$ 30 bandes[2, 74].

Les calculs prennent en comptent à la fois la déformation du matériau et l'absorption porteurs libres due au dopage et aux porteurs photo-générés. Un gain de 720 cm^{-1} est calculé pour les recombinaisons de trous légers à 1695 nm. Si nous prenons en compte l'absorption par porteurs libres d'après la référence[75], le gain

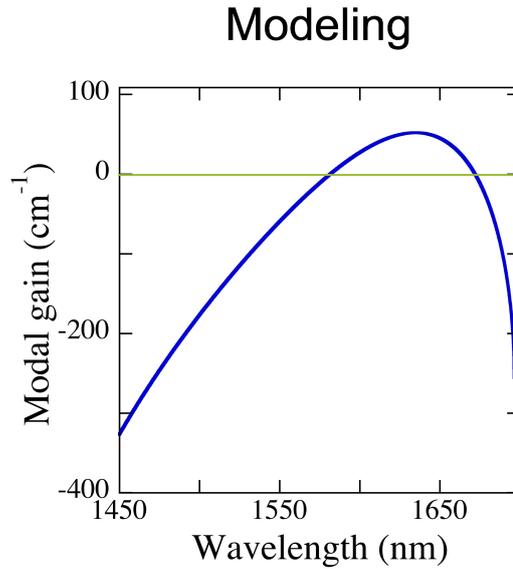


FIGURE 4.5.1: Calcul du gain optique dans la structure, en estimant la densité de porteurs à $1 - 2 \times 10^{-19} \text{ cm}^{-3}$, le recouvrement entre le mode et la partie en tension à 40% et l'absorption par porteurs libres à 100 cm^{-1} .

optique net diminue à 270 cm^{-1} . Cette valeur dépend directement de la valeur utilisée pour l'absorption porteurs libres (cf. section 1.4.1 page 34). On suppose dans ces calculs une distribution des électrons de type Fermi-Dirac. Comme mentionné à la section 4.3 page 136, la véracité de cette hypothèse peut être discutée pour des populations injectées élevées[8], auquel cas les vallées de hautes énergies voient leur population croître du fait de la diffusion électron-électron. Les valeurs de gain indiquées ci-dessus seraient alors sous-estimées. En considérant un recouvrement du mode guidé TM de 40% avec la partie du germanium en tension, et des pertes par absorption de l'ordre de 100 cm^{-1} dans la région dopée, nous déduisons un gain modal de 50 cm^{-1} , une valeur proche de notre résultat. Le résultat de la simulation en fonction de la longueur d'onde est présenté à la figure 4.5.1. Cette courbe est à comparer avec les mesures expérimentales à la figure 4.3.2 (c). On constate que l'allure de la courbe est identique. La fenêtre spectrale de gain est plus large en simulation, est la coupure plus lente, mais l'allure et la valeur crête sont identiques. Le décalage en longueur d'onde est attribué aux effets de renormalisation de bande interdite, non pris en compte dans la simulation. La cohérence des résultats de simulations avec les mesures confortent notre conclusion de la présence de gain dans ces structures.

La meilleure démonstration de la présence de gain reste l'effet laser. Cependant, celui-ci n'est pas attendu sur les fils photoniques. La réflectivité aux facettes est

bien inférieure au maximum théorique de 0.49, du fait de la rugosité observable sur la figure 4.1.2(a). De plus, les pertes aux facettes $\frac{1}{L} \ln(\frac{1}{R})$, où L est la longueur du guide et R la réflectivité aux facettes, sont supérieures à 140 cm^{-1} même pour ce maximum théorique.

4.6 Élargissement de la résonance

L'élargissement spectral a également été étudié. L'étude peut être effectuée comme sur la VSL en fonction de la longueur de pompage à une puissance fixée, ou en fonction de la puissance de pompe en éclairant tout le guide. La figure 4.4.1(c) montre l'élargissement de l'émission en fonction de la puissance de pompe lorsque le fil est entièrement illuminé. L'élargissement est mesuré par sa largeur à mi-hauteur après soustraction de la luminescence large. On observe une diminution de l'élargissement de 30 nm à 24 nm à forte puissance de pompe, soit une diminution de 20%. Cette diminution est attendue lorsque le produit du gain par la longueur est de l'ordre de 1.

Nous pourrions en principe estimer le gain optique à partir des variations de l'élargissement, en utilisant la relation

$$\Delta\Gamma = \Delta\Gamma_0 \sqrt{\frac{G-1}{G \ln G}} \quad (4.6.1)$$

où Γ est l'élargissement et où $G = e^{gl}$ [76]. Une valeur de gain optique $g \sim 200 \text{ cm}^{-1}$ est déduite de cette formule pour un élargissement gaussien. Cependant, comme mentionné précédemment, la distribution des porteurs dans l'espace réciproque et l'espace réel, le champ de déformation, la propagation du mode, la réabsorption, la géométrie de collection sont autant de paramètres à prendre en compte avec précision pour une description précise du gain en fonction de la variation de l'élargissement, ce qui sort du cadre de ce travail de thèse.

Nous rappelons que la réabsorption diminue la largeur de l'émission spontanée à température ambiante, en raison de la forte absorption à haute énergie. En théorie, lorsque l'on augmente la puissance, le blanchiment de l'absorption élimine la réabsorption, donc augmente l'élargissement. En augmentant encore la puissance, la largeur spectrale du blanchiment augmente, et l'élargissement aussi. Ce n'est que quand l'absorption se change en gain que l'élargissement commence à diminuer du fait du facteur d'amplification. Le comportement expérimental de l'élargissement, reporté à la figure 4.4.1(c), correspond à cette signature habituelle de la présence de gain.

Nous avons également observé l'élargissement en fonction de la longueur éclairée pour une puissance incidente fixe. Le résultat est présenté à la figure 4.4.1(d). Une variation de l'élargissement entre 36 et 25nm est également observée dans cette

configuration. Cette dépendance est également conforme aux attentes en présence de gain optique par la formule 4.6.1.

4.7 Conclusion

Nous avons réalisé des fils photoniques en germanium déformé par dépôt PECVD de nitrure contraint. La partie déformée montre un décalage en longueur d'onde de plus de 120 nm par rapport au germanium relaxé. Le gain optique dans ces structures à température ambiante a été démontré et mesuré. Nous avons pour cela utilisé la méthode des longueurs d'éclairement variable (VSL). Ces mesures de gain sont renforcées par l'observation d'une diminution de l'élargissement lorsque la puissance incidente ou la longueur éclairée augmente. La présence de gain est une conséquence directe de l'application de déformation en tension. La validité de l'approche par dépôt de nitrure pour déformer le germanium est ainsi confirmée. Cette démonstration d'une zone active en germanium ouvre la voie à l'intégration de structures compactes sur silicium, de manière analogue aux études effectuées sur les lasers nanofils[77, 78, 79].

Points clés

Fils photoniques déformés par dépôts de nitrure

- ❑ Les dépôts PECVD sur germanium ont permis la réalisation de fils photoniques montrant une émission guidée.
- ❑ La faible largeur de l'émission ne représente pas cependant une preuve de gain car la réabsorption peut affiner le spectre de l'émission guidée et lui donner l'apparence d'une émission amplifiée.
- ❑ L'utilisation de la méthode dite des longueurs d'éclairement variable a permis de prouver la présence de gain et de mesurer sa valeur, 80 cm^{-1} .
- ❑ La présence de gain est également confirmée par des mesures sans sélection spatiale et par l'étude de l'élargissement en fonction de la longueur éclairée et de la puissance de pompe.
- ❑ Une modélisation du gain existant dans ces structures par la méthode **k·p** couplée à la modélisation de la déformation par COMSOL nous permet d'obtenir des valeurs de gain du même ordre que celles mesurées, montrant ainsi que la valeur mesurée est réaliste.
- ❑ La présence de III-V dans la structure n'a d'autre intérêt que de garantir une bonne qualité cristalline du germanium. L'approche utilisée pour appliquer la déformation, par dépôt de nitrure, est compatible avec des couches de germanium sur silicium.

Publications

- ❑ "Optical gain in single tensile-strained germanium photonic wire", M. de Kersauson, M. El Kurdi, S. David, X. Checoury, G. Fishman, S. Sauvage, R. Jakomin, G. Beaudoin, I. Sagnes, and P. Boucaud *Optics Express*, Vol. 19 Issue 19, pp.17925-17934 (2011)
- ❑ "Stimulated emission in single tensile-strained Ge photonic wire" M. El Kurdi, M. de Kersauson, S. David, X. Checoury, G. Beaudoin, R. Jakomin, I. Sagnes, S. Sauvage, G. Fishman, P. Boucaud. *8th International Conference on Group IV Photonics*, London, Royaume-uni, 14-16 Septembre 2011 Proceedings IEEE CFP11GFP-PRT p. 220 ISBN 9781424483389 (2012).

Conclusion et perspectives

Rappel des objectifs

Pour répondre au défi de la réalisation d'un laser sur silicium, faire appel à un matériau qui soit compatible avec les procédés standards de la microélectronique sur silicium est un véritable atout. Le germanium est alors un candidat potentiel très intéressant. Cependant, celui-ci est aussi un matériau à bande interdite indirecte. Nous avons présenté au chapitre 1 comment le dopage ou la déformation en tension pouvaient partiellement résoudre ce problème en augmentant la proportion des porteurs injectés localisés dans la vallée Γ . Le dopage seul ou la déformation seule n'étant pas suffisants, c'est une approche combinant les deux que nous avons retenue dans ces travaux. Avec un dopage supérieur à 10^{19} cm^{-3} et 0.7% de déformation, un gain matériau de quelques centaines de cm^{-1} peut être obtenu. La difficulté consiste alors à atteindre ces niveaux tout en maintenant une qualité cristalline optimale. En effet, les défauts introduisent des mécanismes de recombinaison non radiatifs. Ceux-ci s'opposent à l'obtention de la forte densité de porteurs nécessaire à l'inversion de population.

Bilan des travaux effectués

Deux méthodes de dopage et trois méthodes de déformation ont été étudiées. Notre étude du dopage par GILD a montré des niveaux de dopage plus élevés que par dopage *in-situ* pendant l'épitaxie. Cependant la diminution de la qualité cristalline qui en résulte et les limitations en surface comme en épaisseur dopée nous font préférer l'approche *in situ* pour le dopage des échantillons. Pour l'application de la déformation, le système du *blister test* par pression d'eau offre l'avantage d'un contrôle dynamique de la déformation, intéressant pour étudier l'évolution de la photoluminescence. En revanche, ce système est peu stable dans la durée, donc peu compatible avec des mesures longues tels que les réglages du pompage optique sur une cavité Fabry-Pérot pour obtenir l'effet laser. L'hétéroépitaxie de germanium sur substrat III-V est elle aussi un moyen d'étude de l'influence de la déformation intéressant, permettant d'atteindre la valeur de 0.75%, mais semble à ce jour introduire une densité de défauts nuisible à l'efficacité du transfert des porteurs

en Γ lorsque l'épaisseur s'élève. L'utilisation de dépôts de nitrure contraint est la méthode qui a pour le moment donné les meilleurs résultats. Elle présente l'avantage d'être indépendante de la croissance, autorisant une épitaxie sur silicium, et est tout à fait adaptée à la déformation de cavités laser. Elle permet d'obtenir des déformations record, à 1.07% sur les cavités de type ridge en uniaxial et à 1.11% sur les cavités de type microdisque en biaxial. Elle a également permis d'observer du gain dans des structures ridges déformées à 0.8% uniaxialement, et l'obtention de l'effet laser à partir de cette technologie paraît donc réaliste.

Limites et perspectives

Notre stratégie de sous-gravure chimique des ridges et des microdisques pour maximiser la déformation et augmenter le gain a des contreparties. Bien que la déformation soit en effet bien plus élevée, nous n'avons pas observé de gain. La sous gravure introduite pour maximiser la déformation crête diminue en échange le volume de la zone active et son recouvrement théorique avec le mode guidé. Ce type de structure localise la zone active à proximité de la surface où les pertes sont importantes. La zone faiblement déformée du germanium est augmentée et est source de pertes par absorption porteurs libres.

L'effet laser attendu pourra être obtenu en repensant les structures pour limiter le gradient de déformation. On peut pour cela envisager l'insertion d'une couche supplémentaire dans la structure, dans laquelle sera localisée la partie à faible déformation du gradient. On pourra notamment s'appuyer sur des structures du type Ge sur AlGaAs sur GaAs pour rester sur le même type d'épitaxie, mais la démarche est identique et réalisable à partir de substrats de Ge sur SOI.

À plus court terme, la géométrie des fils photoniques ayant démontré du gain, la reproduction du procédé en tirant parti de l'expertise accumulée devrait mener à des résultats intéressants. Les améliorations applicables sont l'utilisation des dépôts nettement plus contraints conçus depuis, et l'augmentation de l'épaisseur de nitrure par un meilleur masquage lors des gravures. Nous pouvons également tirer parti d'une orientation sans cisaillement suivant (100) des structures, dont la meilleure efficacité pour augmenter la luminescence a été démontrée dans ce travail de thèse. Toutes ces améliorations applicables combinées au gain mesuré des fils photoniques nous font espérer que les structures longues s'appuyant sur cette géométrie montreront un effet laser.

Liste des publications

1. Articles dans des revues avec comité de lecture (acceptés)

- “Control of direct band gap emission of bulk germanium by mechanical tensile strain” , M. El Kurdi, H. Bertin, E. Martincic, M. de Kersauson, G. Fishman, S. Sauvage, A. Bosseboeuf, and P. Boucaud, APPLIED PHYSICS LETTERS 96, 041909 (2010)
- “Direct and indirect band gap room temperature electroluminescence of Ge diodes”, M. de Kersauson, R. Jakomin, M. El Kurdi, G. Beaudoin, N. Zerounian, F. Aniel, S. Sauvage, I. Sagnes, and P. Boucaud, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 108, 023105 (2010)
- “High quality tensile-strained n-doped germanium thin films grown on InGaAs buffer layers by metal-organic chemical vapor deposition”, R. Jakomin, M. de Kersauson, M. El Kurdi, L. Largeau, O. Mauguin, G. Beaudoin, S. Sauvage, R. Ossikovski, G. Ndong, M. Chaigneau, I. Sagnes, and P. Boucaud, APPLIED PHYSICS LETTERS 98, 015109 (2011)
- “Optical gain in single tensile-strained germanium photonic wire”, M. de Kersauson, M. El Kurdi, S. David, X. Checoury, G. Fishman, S. Sauvage, R. Jakomin, G. Beaudoin, I. Sagnes, and P. Boucaud OPTICS EXPRESS, Vol. 19 Issue 19, pp.17925-17934 (2011)
- “Control of tensile strain in germanium waveguides through silicon nitride layers”, A. Ghrib, M. de Kersauson, M. El Kurdi, R. Jakomin, G. Beaudoin, S. Sauvage, G. Fishman, G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski, I. Sagnes, and P. Boucaud APPLIED PHYSICS LETTERS 100, 201104 (2012)
- “Light emission from strained germanium” P. Boucaud, M. El Kurdi, S. Sauvage, M. de Kersauson, A. Ghrib, and X. Checoury. NATURE PHOTONICS 7, 162 (2013)
- “Strain analysis in SiN/Ge microstructures obtained via Si-complementary metal oxide semiconductor compatible approach” G. Capellini, G. Kozłowski, Y. Yamamoto, M. Lisker, C. Wenger, G. Niu, P. Zaumseil, B. Tillack, A. Ghrib, M. de Kersauson, M. El Kurdi, P. Boucaud, and T. Schroeder, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 113, 053513 (2013)

- “Effect of increasing thickness on tensile-strained germanium grown on In-GaAs buffer layers” M. de Kersauson, M. Prost, A. Ghrib, M. El Kurdi, S. Sauvage, G. Beaudoin, L. Largeau, O. Mauguin, R. Jakomin, I. Sagnes, G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski, and P. Boucaud, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, accepté, en attente de publication.

2. Communications avec actes (acceptées)

- “Strain engineering for optical gain in germanium” M. El Kurdi, M. de Kersauson, A. Ghrib, M. Prost, S. Sauvage, R. Jakomin, G. Beaudoin, O. Mauguin, L. Largeau, I. Sagnes, G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski, P. Boucaud Présentation orale invitée. 5th SiGe, Ge, & Related Compounds : Materials, processing, and devices Symposium, 2012. Joint international (222nd) Electrochemical society meeting, Honolulu, Hawaii, October 7-12, 2012. ECS Transactions, 50 (9) 363-370 (2012)
- “Stimulated emission in single tensile-strained Ge photonic wire” M. El Kurdi, M. de Kersauson, S. David, X. Checoury, G. Beaudoin, R. Jakomin, I. Sagnes, S. Sauvage, G. Fishman, P. Boucaud . Oral 8th International Conference on Group IV Photonics, London, Royaume-uni, 14-16 Septembre 2011 Proceedings IEEE CFP11GFP-PRT p. 220 ISBN 9781424483389 (2012).
- “Mechanical tensile strain engineering of Ge for gain achievement” M. El Kurdi, M. de Kersauson, W. Daney de Marcillac, H. Bertin, E. Martincic, A. Bosseboeuf, G. Beaudoin, R. Jakomin, I. Sagnes, S. Sauvage, G. Fishman, P. Boucaud 7th International Conference on Group IV Photonics, Beijing, Chine, 1-5 Septembre 2010 Proceedings IEEE, Group IV Photonics (GFP), 2010 7th IEEE International Conference on, pp.51-53, 1-3 Sept. 2010, doi : 10.1109/GROUP4.2010.5643431, Print ISBN : 978-1-4244-6344-2, INSPEC Accession Number : 11663711.

Bibliographie

- [1] “Ioffe electronic archive of physical properties of semiconducors.” [Online]. Available : <http://www.ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/>
- [2] M. El Kurdi, G. Fishman, S. Sauvage, and P. Boucaud, “Band structure and optical gain of tensile-strained germanium based on a 30 band k.p formalism,” *Journal of Applied Physics*, vol. 107, no. 1, p. 013710, 2010. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/JAPIAU/v107/i1/p013710/s1&Agg=doi>
- [3] M. El Kurdi, T. Kociniowski, T.-P. Ngo, J. Boulmer, D. Debarre, P. Boucaud, J. F. Damlencourt, O. Kermarrec, and D. Bensahel, “Enhanced photoluminescence of heavily n-doped germanium,” *Applied Physics Letters*, vol. 94, no. 19, p. 191107, 2009. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v94/i19/p191107/s1&Agg=doi>
- [4] G.-E. Chang and H. H. Cheng, “Optical gain of germanium infrared lasers on different crystal orientations,” *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 46, no. 6, p. 065103, Feb. 2013. [Online]. Available : <http://stacks.iop.org/0022-3727/46/i=6/a=065103?key=crossref.c4dda3c7787431096ab248b3d603f053>
- [5] A. Ghrib, M. de Kersauson, M. El Kurdi, R. Jakomin, G. Beaudoin, S. Sauvage, G. Fishman, G. Ndong, M. Chaigneau, R. Ossikovski, I. Sagnes, and P. Boucaud, “Control of tensile strain in germanium waveguides through silicon nitride layers,” *Applied Physics Letters*, vol. 100, no. 20, p. 201104, 2012. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v100/i20/p201104/s1&Agg=doi>
- [6] S. Sze, *VLSI Technology*, 2nd ed., McGraw-Hill International Editions, Ed., 1988.
- [7] S.-L. Cheng, “Germanium as an optical emitter for monolithic integration on silicon,” Ph.D. dissertation, 2011.
- [8] W. Klingenstein and S. Heinz, “Direct gap recombination in germanium at high excitation level and low temperature,” *Solid-State Electronics*, vol. 21, no. 11-12, pp. 1371–1374, 1978. [Online]. Available : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0038110178902101>

- [9] G. Bir and G. Pikus, *Symmetry and strain-induced effects in semiconductors*, 1974.
- [10] S. Richard, F. Aniel, and G. Fishman, “Energy-band structure of Ge, Si, and GaAs : A thirty-band kp method,” *Physical Review B*, vol. 70, no. 23, p. 235204, Dec. 2004. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.70.235204>
- [11] G. Fishman, *Semi-conducteurs : les bases de la théorie k.p.* École polytechnique, 2010.
- [12] J. Menéndez and J. Kouvetakis, “Type-I Ge on GeSiSn strained-layer heterostructures with a direct Ge bandgap,” *Applied Physics Letters*, vol. 85, no. 7, p. 1175, 2004. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v85/i7/p1175/s1&Agg=doi>
- [13] J. Liu, X. Sun, L. C. Kimerling, and J. Michel, “Direct-gap optical gain of Ge on Si at room temperature,” *Optics Letters*, vol. 34, no. 11, p. 1738, May 2009. [Online]. Available : <http://www.opticsinfobase.org/abstract.cfm?URI=ol-34-11-1738>
- [14] M. El Kurdi, H. Bertin, E. Martincic, M. de Kersauson, G. Fishman, S. Sauvage, A. Bosseboeuf, and P. Boucaud, “Control of direct band gap emission of bulk germanium by mechanical tensile strain,” *Applied Physics Letters*, vol. 96, no. 4, p. 041909, 2010. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v96/i4/p041909/s1&Agg=doi>
- [15] M. K. Small and W. Nix, “Analysis of the accuracy of the bulge test in determining the mechanical properties of thin films,” *Journal of Materials Research*, vol. 7, no. 06, pp. 1553–1563, Jan. 2011. [Online]. Available : http://www.journals.cambridge.org/abstract_S0884291400017027
- [16] R. Yahiaoui, K. Danaie, S. Petitgrand, and A. Bosseboeuf, “Automated interferometric system for bulge test measurements of micromachined membranes,” C. Gorecki, W. P. O. Jueptner, and M. Kujawinska, Eds., Oct. 2001, pp. 160–169. [Online]. Available : <http://proceedings.spiedigitallibrary.org/proceeding.aspx?doi=10.1117/12.445600>
- [17] S. Timoshenko and S. Woinowsky-Krieger, *Theory of plates and shells*, 2nd ed. McGraw-Hill, New York, 1959.
- [18] J. R. Sánchez-Pérez, C. Boztug, F. Chen, F. F. Sudradjat, D. M. Paskiewicz, R. B. Jacobson, M. G. Lagally, and R. Paiella, “Direct-bandgap light-emitting germanium in tensilely strained nanomembranes.” *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, vol. 108, no. 47, pp. 18 893–8, Nov. 2011. [Online]. Available : <http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=3223450&tool=pmcentrez&rendertype=abstract>

-
- [19] X. Sun, J. Liu, L. C. Kimerling, and J. Michel, "Direct gap photoluminescence of n-type tensile-strained Ge-on-Si," *Applied Physics Letters*, vol. 95, no. 1, p. 011911, 2009. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v95/i1/p011911/s1&Agg=doi>
- [20] J. T. Bessette, R. Camacho-Aguilera, Y. Cai, L. C. Kimerling, and J. Michel, "Optical characterization of Ge-on-Si laser gain media," in *8th IEEE International Conference on Group IV Photonics*. IEEE, Sep. 2011, pp. 130–132. [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=6053739>
- [21] D. Cammilleri, F. Fossard, D. Débarre, C. T. Manh, C. Dubois, E. Bustarret, C. Marcenat, and P. Achatz, "Highly doped Si and Ge formed by GILD (gas immersion laser doping); from GILD to superconducting silicon," *Thin Solid Films*, vol. 517, no. 1, pp. 75–79, 2008. [Online]. Available : <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsf.2008.08.073>
- [22] S. Jain and D. Roulston, "A simple expression for band gap narrowing (BGN) in heavily doped Si, Ge, GaAs and GeSi strained layers," *Solid-State Electronics*, vol. 34, no. 5, pp. 453–465, May 1991. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/003811019190149S>
- [23] C. Haas, "Infrared Absorption in Heavily Doped n-Type Germanium," *Physical Review*, vol. 125, no. 6, pp. 1965–1971, Mar. 1962. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.125.1965>
- [24] R. Conradt and J. Aengenheister, "Minority carrier lifetime in highly doped Ge," *Solid State Communications*, vol. 10, no. 3, pp. 321–323, Feb. 1972. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0038109872900166>
- [25] L. Carroll, P. Friedli, S. Neuenschwander, H. Sigg, S. Cecchi, F. Isa, D. Chrastina, G. Isella, Y. Fedoryshyn, and J. Faist, "Direct-Gap Gain and Optical Absorption in Germanium Correlated to the Density of Photoexcited Carriers, Doping, and Strain," *Physical Review Letters*, vol. 109, no. 5, p. 057402, Aug. 2012. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.109.057402>
- [26] T. M. Buck and W. H. Brattain, "Investigations of Surface Recombination Velocities on Germanium by the Photoelectromagnetic Method," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 102, no. 11, p. 636, 1955. [Online]. Available : <http://jes.ecsdl.org/cgi/doi/10.1149/1.2429927>
- [27] S. Sun, Y. Sun, Z. Liu, D.-I. Lee, S. Peterson, and P. Pianetta, "Surface termination and roughness of Ge(100) cleaned by HF and HCl solutions," *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 2, p. 021903, 2006. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v88/i2/p021903/s1&Agg=doi>

- [28] S. Sze, *Physics of semiconductor devices*, 2nd ed., Wiley, Ed., New York, 1981.
- [29] B. P. Swain, H. Takato, Z. Liu, and I. Sakata, "Ambient stability of wet chemically passivated germanium wafer for crystalline solar cells," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 95, no. 1, pp. 84–88, Jan. 2011. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927024810002941>
- [30] B. Onsia, T. Conard, S. De Gendt, M. M. Heyns, I. Hoflijk, P. W. Mertens, M. Meuris, G. Raskin, S. Sioncke, I. Teerlinck, A. Theuwis, J. Van Steenberghe, and C. Vinckier, "A Study of the Influence of Typical Wet Chemical Treatments on the Germanium Wafer Surface," *Solid State Phenomena*, vol. 103-104, pp. 27–30, 2005. [Online]. Available : <http://www.scientific.net/SSP.103-104.27>
- [31] N. Posthuma, G. Flamand, W. Geens, and J. Poortmans, "Surface passivation for germanium photovoltaic cells," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 88, no. 1, pp. 37–45, Jun. 2005. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092702480400399X>
- [32] V. Andreev, V. Khvostikov, O. Khvostikova, N. Kaluzhniy, E. Oliva, V. Rumyantsev, S. Titkov, and M. Shvarts, "Low-bandgap pv and thermophotovoltaic cells," in *Proceedings of WCPEC-3*, Osaka, 2003.
- [33] F. Zhang, V. Crespi, and P. Zhang, "Prediction that Uniaxial Tension along 111 Produces a Direct Band Gap in Germanium," *Physical Review Letters*, vol. 102, no. 15, p. 156401, Apr. 2009. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.102.156401>
- [34] J. Liu, X. Sun, D. Pan, X. Wang, L. C. Kimerling, T. L. Koch, and J. Michel, "Tensile-strained, n-type Ge as a gain medium for monolithic laser integration on Si," *Optics Express*, vol. 15, no. 18, p. 11272, Sep. 2007. [Online]. Available : <http://www.opticsexpress.org/abstract.cfm?URI=oe-15-18-11272>
<http://www.opticsinfobase.org/abstract.cfm?URI=oe-15-18-11272>
- [35] W. G. Spitzer, F. a. Trumbore, and R. a. Logan, "Properties of Heavily Doped n-Type Germanium," *Journal of Applied Physics*, vol. 32, no. 10, p. 1822, 1961. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/JAPIAU/v32/i10/p1822/s1&Agg=doi>
- [36] R. Newman and W. Tyler, "Effect of Impurities on Free-Hole Infrared Absorption in p-Type Germanium," *Physical Review*, vol. 105, no. 3, pp. 885–886, Feb. 1957. [Online]. Available : http://prola.aps.org/pdf/PR/v105/i3/p885_1
<http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.105.885>
- [37] B. Dutt, D. S. Sukhdeo, D. Nam, B. M. Vulovic, and K. C. Saraswat, "Roadmap to an Efficient Germanium-on-Silicon Laser : Strain vs. n-Type Doping," *IEEE Photonics Journal*, vol. 4, no. 5, pp. 2002–2009, Oct. 2012.

- [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=6327582>
- [38] G.-E. Chang, S.-w. Chang, and S. L. Chuang, "Theory for n-type doped, tensile-strained Ge–SiGeSn quantum-well lasers at telecom wavelength," *Optics Express*, vol. 17, no. 14, p. 11246, Jul. 2009. [Online]. Available : <http://www.opticsinfobase.org/abstract.cfm?URI=oe-17-14-11246>
- [39] Y. Bai, K. E. Lee, C. Cheng, M. L. Lee, and E. a. Fitzgerald, "Growth of highly tensile-strained Ge on relaxed InGaAs by metal-organic chemical vapor deposition," *Journal of Applied Physics*, vol. 104, no. 8, p. 084518, 2008. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/JAPIAU/v104/i8/p084518/s1&Agg=doi>
- [40] J. Liu, X. Sun, R. Camacho-Aguilera, L. C. Kimerling, and J. Michel, "Ge-on-Si laser operating at room temperature." *Optics letters*, vol. 35, no. 5, pp. 679–81, Mar. 2010. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/20195317>
- [41] R. E. Camacho-Aguilera, Y. Cai, N. Patel, J. T. Bessette, M. Romagnoli, L. C. Kimerling, and J. Michel, "An electrically pumped germanium laser," *Optics Express*, vol. 20, no. 10, p. 11316, May 2012. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22565752http://www.opticsinfobase.org/abstract.cfm?URI=oe-20-10-11316>
- [42] Y. Huo, H. Lin, R. Chen, M. Makarova, Y. Rong, M. Li, T. I. Kamins, J. Vuckovic, and J. S. Harris, "Strong enhancement of direct transition photoluminescence with highly tensile-strained Ge grown by molecular beam epitaxy," *Applied Physics Letters*, vol. 98, no. 1, p. 011111, 2011. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v98/i1/p011111/s1&Agg=doi>
- [43] G. Attolini, M. Bosi, N. Musayeva, C. Pelosi, C. Ferrari, S. Arumainathan, and G. Timò, "Homo and hetero epitaxy of Germanium using isobutylgermane," *Thin Solid Films*, vol. 517, no. 1, pp. 404–406, Nov. 2008. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0040609008008973>
- [44] D. V. Shenai, R. L. DiCarlo, M. B. Power, A. Amamchyan, R. J. Goyette, and E. Woelk, "Safer alternative liquid germanium precursors for relaxed graded SiGe layers and strained silicon by MOVPE," *Journal of Crystal Growth*, vol. 298, pp. 172–175, Jan. 2007. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022024806010165>
- [45] H. Akazawa, "Hydrogen induced roughening and smoothing in surface morphology during synchrotron-radiation-excited GeH₄-source homoepitaxy on Ge(001)," *Journal of Applied Physics*, vol. 99, no. 10, p. 103505, 2006. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/JAPIAU/v99/i10/p103505/s1&Agg=doi>

- [46] R. Jakomin, M. de Kersauson, M. El Kurdi, L. Largeau, O. Mauguin, G. Beaudoin, S. Sauvage, R. Ossikovski, G. Ndong, M. Chaigneau, I. Sagnes, and P. Boucaud, "High quality tensile-strained n-doped germanium thin films grown on InGaAs buffer layers by metal-organic chemical vapor deposition," *Applied Physics Letters*, vol. 98, no. 9, p. 091901, 2011. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v98/i9/p091901/s1&Agg=doi>
- [47] M. Bosi, G. Attolini, C. Ferrari, C. Frigeri, J. Rimada Herrera, E. Gombia, C. Pelosi, and R. Peng, "MOVPE growth of homoepitaxial germanium," *Journal of Crystal Growth*, vol. 310, no. 14, pp. 3282–3286, Jul. 2008. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S002202480800273X>
- [48] G. Attolini, C. Ferrari, and E. Gombia, "A study of surface passivation layers for homoepitaxial germanium cells for photovoltaic and thermophotovoltaic applications," in *24th European Photovoltaic Solar Energy Conference , 21-25 September 2009 , Hamburg , Germany 24th European Photovoltaic Solar Energy Conference , 21-25 September 2009 , Hamburg , Germany*, no. September, Hamburg, 2009, pp. 512–515. [Online]. Available : http://www.costruzionisostenibili.it/public/1CV.4.32_paper.pdf
- [49] T. S. Perova, J. Wasyluk, K. Lyutovich, E. Kasper, M. Oehme, K. Rode, and A. Waldron, "Composition and strain in thin Si_{1-x}Ge_x virtual substrates measured by micro-Raman spectroscopy and x-ray diffraction," *Journal of Applied Physics*, vol. 109, no. 3, p. 033502, 2011. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/JAPIAU/v109/i3/p033502/s1&Agg=doi>
- [50] F. Pezzoli, E. Bonera, E. Grilli, M. Guzzi, S. Sanguinetti, D. Chrastina, G. Isella, H. von Kanel, E. Wintersberger, J. Stangl, and G. Bauer, "Phonon strain shift coefficients in Si_{1-x}Ge_x alloys," *Journal of Applied Physics*, vol. 103, no. 9, p. 093521, 2008. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/JAPIAU/v103/i9/p093521/s1&Agg=doi>
- [51] J. S. Reparaz, A. Bernardi, a. R. Goni, M. I. Alonso, and M. Garriga, "Composition dependence of the phonon strain shift coefficients of SiGe alloys revisited," *Applied Physics Letters*, vol. 92, no. 8, p. 081909, 2008. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v92/i8/p081909/s1&Agg=doi>
- [52] J. Haynes, "New Radiation Resulting from Recombination of Holes and Electrons in Germanium," *Physical Review*, vol. 98, no. 6, pp. 1866–1868, Jun. 1955. [Online]. Available : [url:http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.98.1866](http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.98.1866)<http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.98.1866>
- [53] S.-R. Jan, C.-Y. Chen, C.-H. Lee, S.-T. Chan, K.-L. Peng, C. W. Liu, Y. Yamamoto, and B. Tillack, "Influence of defects and interface on radiative transition of Ge," *Applied Physics Letters*, vol. 98, no. 14, p.

- 141105, 2011. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v98/i14/p141105/s1&Agg=doi>
- [54] G. Grzybowski, R. Roucka, J. Mathews, L. Jiang, R. Beeler, J. Kouvetakis, and J. Menéndez, “Direct versus indirect optical recombination in Ge films grown on Si substrates,” *Physical Review B*, vol. 84, no. 20, pp. 1–6, Nov. 2011. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.84.205307>
- [55] J. Ponpon, “Evolution with time of the surface properties of high-purity germanium,” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 457, no. 1-2, pp. 262–265, Jan. 2001. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168900200007476>
- [56] W. L. Ng, M. a. Lourenço, R. M. Gwilliam, S. Ledain, G. Shao, and K. P. Homewood, “An efficient room-temperature silicon-based light-emitting diode.” *Nature*, vol. 410, no. 6825, pp. 192–4, Mar. 2001. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11242075>
- [57] V. Darakchieva, T. Paskova, M. Schubert, H. Arwin, P. Paskov, B. Monemar, D. Hommel, M. Heuken, J. Off, F. Scholz, B. Haskell, P. Fini, J. Speck, and S. Nakamura, “Anisotropic strain and phonon deformation potentials in GaN,” *Physical Review B*, vol. 75, no. 19, pp. 1–11, May 2007. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.75.195217>
- [58] U. Schwarz, P. Schuck, M. Mason, R. Grober, A. Roskowski, S. Einfeldt, and R. Davis, “Microscopic mapping of strain relaxation in uncoalesced pendeoepitaxial GaN on SiC,” *Physical Review B*, vol. 67, no. 4, pp. 1–4, Jan. 2003. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.67.045321>
- [59] S. Ruvimov, T. Suski, J. W. A. Iii, E. Jones, M. Rubin, E. R. Weber, C. Kisielowski, and J. Kru, “Strain-related phenomena in GaN thin films,” vol. 54, no. 24, pp. 745–753, 1996.
- [60] M. Cazzanelli, F. Bianco, E. Borga, G. Pucker, M. Ghulinyan, E. Degoli, E. Luppi, V. Vénard, S. Ossicini, D. Modotto, S. Wabnitz, R. Pierobon, and L. Pavesi, “Second-harmonic generation in silicon waveguides strained by silicon nitride.” *Nature materials*, vol. 11, no. 2, pp. 148–54, Feb. 2012. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22138793>
- [61] T. Nagashima, K. Okumura, K. Murata, and M. Yamaguchi, “A germanium back-contact type cell for thermophotovoltaic applications,” in *Photovoltaic Energy Conversion, 2003. Proceedings of 3rd World Conference on*, Osaka, 2003, pp. 200–203 Vol1. [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/xpl/login.jsp?tp=&arnumber=1305256&url=http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=1305256>

- [62] A. Dollet, J. P. Couderc, and B. Despax, “Analysis and numerical modelling of silicon nitride deposition in a plasma-enhanced chemical vapour deposition reactor. I. Bidimensional modelling,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 4, no. 1, pp. 94–106, Feb. 1995. [Online]. Available : <http://stacks.iop.org/0963-0252/4/i=1/a=010?key=crossref.68e67fa40b42181f6b498d8587182ae4>
- [63] G. Raymond, “Etude mécanique des films de nitrure de silicium fortement contraints utilisés pour augmenter les performances des transistors CMOS,” Ph.D. dissertation, Institut polytechnique de grenoble, 2009. [Online]. Available : http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/52/04/27/PDF/these_gaetan_raymond.pdf
- [64] B. A. Walmsley, Y. Liu, X. Z. Hu, M. B. Bush, J. M. Dell, and L. Faraone, “Poisson’s Ratio of Low-Temperature PECVD Silicon Nitride Thin Films,” *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 16, no. 3, pp. 622–627, Jun. 2007. [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=4276823>
- [65] “Sopra S.A n&k database.” [Online]. Available : www.sspectra.com/sopra.html
- [66] S. L. McCall, a. F. J. Levi, R. E. Slusher, S. J. Pearton, and R. a. Logan, “Whispering-gallery mode microdisk lasers,” *Applied Physics Letters*, vol. 60, no. 3, p. 289, 1992. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v60/i3/p289/s1&Agg=doi>
- [67] V. Yam, V. Le Thanh, Y. Zheng, P. Boucaud, and D. Bouchier, “Photoluminescence study of a bimodal size distribution of Ge/Si(001) quantum dots,” *Physical Review B*, vol. 63, no. 3, p. 033313, Jan. 2001. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.63.033313>
- [68] J. O’Gorman, S. L. Chuang, and A. F. J. Levi, “Carrier pinning by mode fluctuations in laser diodes,” *Applied Physics Letters*, vol. 62, no. 13, p. 1454, 1993. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/APPLAB/v62/i13/p1454/s1&Agg=doi>
- [69] M. de Kersauson, R. Jakomin, M. El Kurdi, G. Beaudoin, N. Zerounian, F. Aniel, S. Sauvage, I. Sagnes, and P. Boucaud, “Direct and indirect band gap room temperature electroluminescence of Ge diodes,” *Journal of Applied Physics*, vol. 108, no. 2, p. 023105, 2010. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/JAPIAU/v108/i2/p023105/s1&Agg=doi>
- [70] K. L. Shaklee, “Direct determination of optical gain in semiconductor crystals,” *Applied Physics Letters*, vol. 18, no. 11, p. 475, 1971. [Online]. Available : <http://link.aip.org/link/?APL/18/475/1&Agg=doi>
- [71] M. McGehee, R. Gupta, S. Veenstra, E. Miller, M. Díaz-García, and A. Heeger, “Amplified spontaneous emission from photopumped films of a

- conjugated polymer,” *Physical Review B*, vol. 58, no. 11, pp. 7035–7039, Sep. 1998. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.58.7035>
- [72] X. Sun, J. Liu, L. C. Kimerling, and J. Michel, “Room-temperature direct bandgap electroluminescence from Ge-on-Si light-emitting diodes.” *Optics letters*, vol. 34, no. 8, pp. 1198–200, Apr. 2009. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21942444><http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19370116>
- [73] S.-L. Cheng, J. Lu, G. Shambat, H.-Y. Yu, K. Saraswat, J. Vuckovic, and Y. Nishi, “Room temperature 1600 nm electroluminescence from Ge light emitting diode on Si substrate,” *Optics Express*, vol. 17, no. 12, p. 10019, May 2009. [Online]. Available : <http://www.opticsinfobase.org/abstract.cfm?URI=oe-17-12-10019>
- [74] M. El Kurdi, S. Sauvage, G. Fishman, and P. Boucaud, “Band-edge alignment of SiGe/Si quantum wells and SiGe/Si self-assembled islands,” *Physical Review B*, vol. 73, no. 19, p. 195327, 2006.
- [75] S.-W. Chang and S.-L. Chuang, “Theory of Optical Gain of Ge-SiGeSn Quantum-Well Lasers,” *Quantum Electronics, IEEE Journal of*, vol. 43, no. 3, pp. 249–256, 2007.
- [76] L. Allen and G. i. Peters, “Amplified spontaneous emission and external signal amplification in an inverted medium,” *Physical Review A*, no. 8, pp. 2031–2047, 1973.
- [77] J. C. Johnson, H.-J. Choi, K. P. Knutsen, R. D. Schaller, P. Yang, and R. J. Saykally, “Single gallium nitride nanowire lasers.” *Nature materials*, vol. 1, no. 2, pp. 106–10, Oct. 2002. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12618824>
- [78] X. Duan, Y. Huang, R. Agarwal, and C. M. Lieber, “Single-nanowire electrically driven lasers.” *Nature*, vol. 421, no. 6920, pp. 241–5, Jan. 2003. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12529637>
- [79] M. A. Zimmler, F. Capasso, S. Müller, and C. Ronning, “Optically pumped nanowire lasers : invited review,” *Semiconductor Science and Technology*, vol. 25, no. 2, p. 024001, Feb. 2010. [Online]. Available : <http://stacks.iop.org/0268-1242/25/i=2/a=024001?key=crossref.19fed2250a6e91e6a00155a2b2f5eabe>

Résumé

Dans ce travail de thèse, nous avons étudié différentes approches qui devraient permettre d'obtenir l'effet laser dans le germanium. Nous avons pu montrer expérimentalement l'influence du dopage et de la déformation sur la structure de bande du germanium, et l'adéquation avec les modèles concluants à l'existence de gain. Nous avons exploré les possibilités offertes par l'hétéro-épitaxie sur III-V pour obtenir une déformation en tension du germanium. Nous avons évalué la déformation résultante par des mesures croisées de rayons X, de diffusion Raman et de photoluminescence, et étudié l'évolution de la qualité des couches épitaxiées en fonction de la déformation et de l'épaisseur. Une nouvelle méthode de déformation du germanium, s'appuyant sur le dépôt par plasma de couches contraintes de nitrure, a été introduite et étudiée. L'effet laser a été recherché par la conception de guides ridges et microdisques déformés par ces dépôts. Plusieurs voies d'application de la déformation dans ces cavités ont été explorées à travers des simulations par éléments finis et la conception de structures de test. Cette optimisation préalable nous a permis d'observer sur les microdisques une déformation biaxiale de 1.11%. En uniaxial, nous avons pu appliquer au germanium une déformation de 1.07% et montrer expérimentalement l'importance de la direction de la déformation dans l'augmentation de la luminescence. Nous avons pu observer et mesurer un gain optique net de 80 cm^{-1} dans des structures déformées uniaxialement à 0.8%.

Mots clés : germanium, laser, déformation en tension, dopage, épitaxie, gain, photoluminescence.