



**HAL**  
open science

# Microscopie tunnel à électrons balistiques: vers le Magnétisme

Francois Caud

► **To cite this version:**

Francois Caud. Microscopie tunnel à électrons balistiques: vers le Magnétisme. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paris Sud - Paris XI, 2006. Français. NNT : . tel-00080846

**HAL Id: tel-00080846**

**<https://theses.hal.science/tel-00080846>**

Submitted on 23 Jun 2006

**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.

N° d'ordre : 8238

UNIVERSITE DE PARIS-SUD CENTRE D'ORSAY
---

THESE

présentée pour obtenir

Le grade de DOCTEUR EN SCIENCES  
Spécialité Physique des Solides

par

François CAUD

**Microscopie tunnel à électrons balistiques :  
vers le Magnétisme**

Soutenue le 4 avril 2006 devant la commission d'examen :

MM.	G. Bayreuther	Examineur
	M. Hehn	Rapporteur
	G. Jézéquel	Rapporteur
	J. Miltat	Invité
	A. Taleb	Présidente
	A. Thiaville	Directeur de thèse
	F. Van Dau	Examineur

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>3</b>
<b>1 Physique de la microscopie tunnel à électrons balistiques</b>	<b>5</b>
1.1 Présentation de la microscopie BEEM/BEMM . . . . .	5
1.1.1 STM . . . . .	5
1.1.2 Microscopie à émission d'électrons balistiques . . . . .	6
1.1.3 Microscopie magnétique à électrons balistiques . . . . .	9
1.2 Physique de l'effet tunnel . . . . .	10
1.2.1 Jonction plane à barrière carrée : probabilité de pas- sage tunnel . . . . .	10
1.2.2 Jonction plane polarisée : barrière linéaire et courant tunnel . . . . .	12
1.3 Contact métal/semiconducteur . . . . .	17
1.3.1 Formation de la barrière Schottky . . . . .	17
1.3.2 Transport thermoionique . . . . .	21
1.3.3 Le contact ohmique . . . . .	24
1.4 Electrons chauds au passage de la barrière Schottky . . . . .	24
1.4.1 Modèle de Bell et Kaiser, dit d'espace des phases . . . . .	25
1.4.2 Modèle de Ludeke-Prietsch . . . . .	33
1.5 Transport balistique dans une couche métallique . . . . .	35
1.5.1 Cas non magnétique . . . . .	35
1.5.2 Cas magnétique . . . . .	38
<b>2 Dispositif expérimental - Techniques mises en oeuvre</b>	<b>43</b>
2.1 Microscope et enceinte ultra-vide . . . . .	43
2.1.1 Microscope STM/BEEM . . . . .	43
2.1.2 Chambre de préparation d'échantillons . . . . .	59
2.1.3 Support d'échantillons pour microscopie BEEM . . . . .	62
2.2 Préparation des échantillons . . . . .	65

2.2.1	Microfabrication . . . . .	65
2.2.2	Contacts ohmiques . . . . .	67
2.3	Outils de caractérisation des échantillons . . . . .	67
2.3.1	Mesures I(V) macroscopiques . . . . .	67
2.3.2	Nature des matériaux et rugosité de surface : caracté- risations . . . . .	67
2.3.3	Caractérisations magnétiques . . . . .	68
<b>3</b>	<b>Résultats expérimentaux et discussion</b>	<b>71</b>
3.1	Microscopie tunnel à électrons balistiques - Etude de jonctions Schottky . . . . .	72
3.1.1	Echantillons Au/Si . . . . .	73
3.1.2	Echantillons Au/GaAs . . . . .	82
3.1.3	Panorama de quelques échantillons typiques Au/Si et Au/GaAs . . . . .	83
3.1.4	Mesures macroscopiques : I(V) . . . . .	85
3.1.5	Mesures BEEM sur Au/Si . . . . .	90
3.1.6	Mesures BEEM sur Au/GaAs . . . . .	106
3.1.7	Discussion des mesures BEEM . . . . .	114
3.2	Echantillons magnétiques . . . . .	115
3.2.1	Fabrication . . . . .	115
3.2.2	Caractérisation magnétique . . . . .	116
3.2.3	Mesures BEEM sur échantillons magnétiques . . . . .	121
3.2.4	Qu'attend-t-on des mesures BEMM ? . . . . .	121
	<b>Conclusion</b>	<b>123</b>

# Introduction

Ce travail de thèse vise à développer une nouvelle technique de microscopie tunnel à électrons balistiques appliquée à l'étude de couches minces et nano-objets magnétiques, la microscopie magnétique à électrons balistiques (BEMM).

Le groupe de micro-magnétisme dans lequel s'est effectuée la thèse a, depuis de nombreuses années, acquis un savoir-faire dans le domaine de la microscopie de matériaux magnétiques. Ainsi, nous disposons déjà de bancs de mesure magnéto-optique (par effet Kerr) et de deux microscopes à force magnétique (MFM). La mise en place d'une microscopie magnétique s'appuyant sur un microscope à effet tunnel (sous ultra-vide) est une nouvelle étape vers l'obtention d'une résolution latérale encore meilleure. En effet, la résolution atteinte par les mesures optiques est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres et celle du MFM peut descendre jusqu'à  $\approx 30$  nm. La technique BEMM devrait permettre d'obtenir une résolution latérale de l'ordre du nanomètre sur des systèmes de tri-couches magnétiques dites à vanne de spin.

Le BEMM est la variante magnétique d'une technique déjà développée depuis la fin des années 1980, la microscopie à émission d'électrons balistiques (BEEM). Il est, en premier lieu, indispensable de mettre en place une microscopie BEEM et d'en maîtriser les aspects essentiels avant d'étendre l'étude aux matériaux magnétiques. Ce manuscrit décrit principalement le montage d'une expérience BEEM au sein du groupe, de la fabrication des échantillons, aux mesures BEEM et leur analyse.

Le premier chapitre expose en détail la physique sous-jacente aux microscopies BEEM/BEMM. Nous insistons plus particulièrement sur des calculs analytiques permettant l'analyse des spectres obtenus d'une part par mesures macroscopiques et d'autre part par mesures BEEM sur les échantillons métal/semiconducteur étudiés.

Le chapitre 2 s'intéresse aux techniques expérimentales et aux méthodes de fabrication et de caractérisation des échantillons utilisées aux cours de

ce travail. Il y est décrit le microscope tunnel et ses modifications pour le BEEM, ainsi que les différents aspects techniques de la mesure de très faibles courants et de la gestion d'un environnement sous ultra-vide.

Enfin, le chapitre 3 est consacré à la présentation et l'analyse des résultats expérimentaux obtenus sur les échantillons BEEM Au/Si et Au/GaAs. Les résultats préliminaires de caractérisations des premiers échantillons magnétiques fabriqués dans notre groupe, en vue d'expériences de type BEMM, sont ensuite décrits et discutés.

# Chapitre 1

## Physique de la microscopie tunnel à électrons balistiques

### 1.1 Présentation de la microscopie BEEM/BEMM

La microscopie tunnel à électrons balistiques (BEEM) a été inventée en 1988 par Kaiser et Bell [1], peu après la naissance du microscope à effet tunnel [2, 3] (STM : Scanning Tunneling Microscope). La technique consiste à utiliser les électrons injectés par une pointe de STM comme une sonde pour étudier, dans leur épaisseur, les propriétés électroniques de fines couches métalliques. La variante magnétique du BEEM, le BEMM (Ballistic Electron Magnetic Microscopy) a ensuite été développée en 1999 par Rippard dans l'équipe de Buhrman à Cornell [4].

Nous présentons ici les principaux ingrédients de ces techniques. La physique associée à ceux-ci sera discutée dans les sections ultérieures de ce chapitre : effet tunnel (1.2), barrière Schottky et son comportement macroscopique (1.3), passage de la barrière par des électrons chauds (1.3.3) et enfin transport des électrons chauds dans des couches magnétiques (1.5).

#### 1.1.1 STM

En microscopie STM, on mesure le courant tunnel ( $I_T$ ) s'écoulant d'une pointe métallique vers la surface d'un échantillon conducteur (métal, semi-conducteur), à l'application d'une différence de potentiel ( $V_T$ ).  $I_T$  est de l'ordre du nanoampère pour un volt de polarisation. L'une des propriétés intéressantes de ce courant, est qu'il dépend exponentiellement de la distance séparant la pointe de la surface (voir section 1.2). Une très faible variation

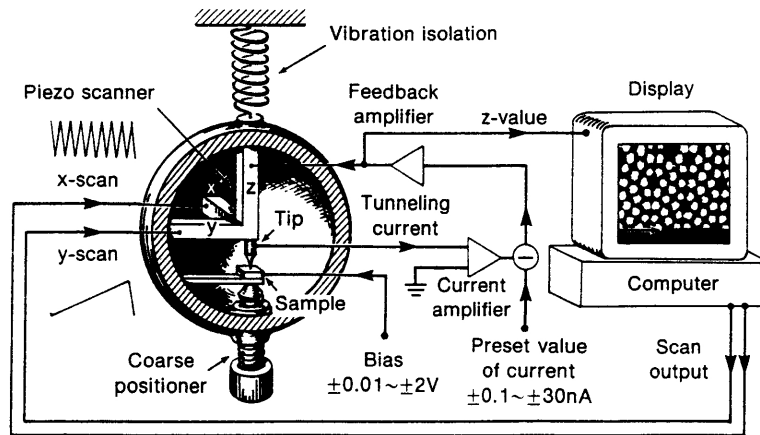


FIG. 1.1: Vue schématique d'un STM et de ses différents éléments (emprunté à [5]).

de cet écartement entraîne un changement mesurable du courant tunnel. Il est alors possible de réguler efficacement  $I_T$  en contrôlant l'altitude de la pointe STM au-dessus de la surface à l'aide d'une boucle de contre-réaction. Les très petits déplacements (une fraction d'Å) que cela nécessite se font grâce à des nanomanipulations par des céramiques piézoélectriques. Si l'on balaie à présent la pointe au dessus de l'échantillon, tout en maintenant cette régulation de courant, on suit la topographie de surface (mode dit à courant constant). Ce signal est celui que l'on présente comme l'image topographique en STM. Une deuxième grandeur importante à mesurer est  $I_T$  lui-même, ou plus précisément, puisqu'il est régulé, l'écart à la consigne de ce courant. La figure 1.1 présente le schéma d'un microscope à effet tunnel.

Pour une description détaillée de la technique et de la physique du STM et de ses applications, voir le livre de Chen [5], ainsi que les livres STM I [6] pour l'aspect expérimental et STM III [7] pour le traitement théorique.

Un autre outil de la technique STM, la spectroscopie tunnel, consiste à mesurer, en un point donné du balayage, la variation du courant tunnel injecté en fonction de la tension de polarisation. Il peut alors s'avérer très riche, quoique coûteux en temps d'acquisition, d'enregistrer ce spectre ou sa dérivée, en chaque point d'une image STM.

### 1.1.2 Microscopie à émission d'électrons balistiques

Pour la microscopie BEEM (Ballistic Electron Emission Microscopy) l'appareillage du STM doit être modifié. En effet, on ajoute au contact de la couche conductrice, un contact à l'arrière du substrat semiconducteur sur



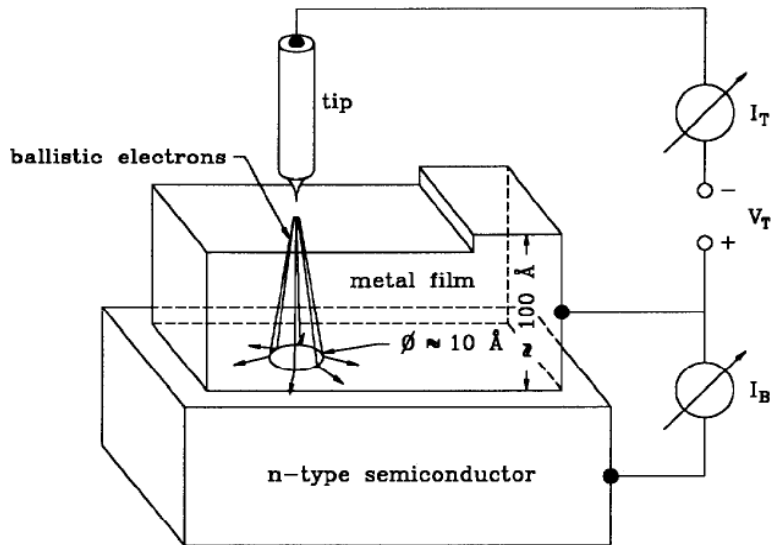


FIG. 1.2: Schéma de fonctionnement du BEEM (emprunté à [8]).

lequel est déposé une couche métallique appelée la base, par analogie avec un transistor. La figure 1.2 est un schéma de fonctionnement de la technique BEEM (tiré de [8]). A l'application d'une tension de polarisation, un courant net d'électrons est injecté par la pointe STM dans la base métallique. Les porteurs sont dits chauds car ils se trouvent au dessus du niveau de Fermi du métal de la couche. Une partie de ces électrons est mesurée par le contact face-avant (celui relié à la couche métallique) tandis qu'un certain pourcentage parvient à surpasser la barrière d'énergie interfaciale caractéristique d'un contact métal/semiconducteur (barrière Schottky) et à être collecté en face arrière (figure 1.3). Ce dernier signal est la grandeur que nous mesurons avec cette méthode, le courant BEEM ( $I_B$ ). La technique BEEM est bien décrite dans les articles de revue de Prietsch [8], de Narayanamurti [9] et de de Andres [10].

### Contraintes sur les échantillons BEEM

Afin de mesurer des signaux BEEM de l'ordre de quelques picoampères, certaines conditions contraignantes sur les échantillons sont à respecter :

- le bruit en courant aux bornes de la résistance de l'échantillon doit être faible par rapport au courant BEEM, ce qui implique une résistance de la diode (à tension nulle) supérieure au  $M\Omega$  typiquement ;
- la couche métallique de la diode Schottky ne doit pas être trop épaisse

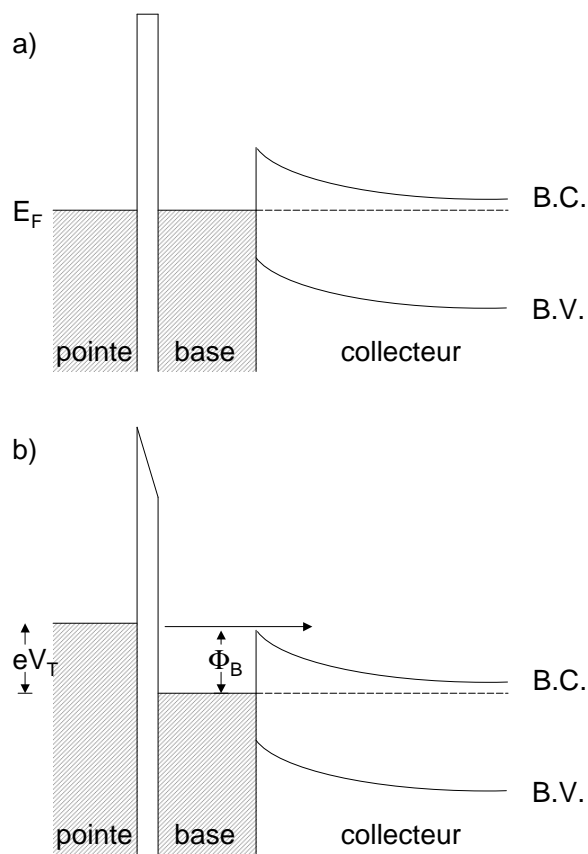


FIG. 1.3: Diagramme des bandes d'énergie pour les électrons dans la technique BEEM. La pointe STM est séparée de la base métallique par une barrière tunnel (ultra-vide).  
 a) Diagramme d'énergie avec  $V_T = 0$ . b) Diagramme avec  $eV_T > \Phi_B$ .

- par rapport aux longueurs d'atténuation pour les électrons chauds (voir 1.5) mais, dans le même temps, continue électriquement ;
- une prise de contact macroscopique doit être réalisée sur cette couche très fine ;
- un bon contact face arrière (contact ohmique) par rapport à la résistance de la diode Schottky est nécessaire pour collecter le maximum d'électrons balistiques dans le signal BEEM.

Ces contraintes sont explicitées plus en détail dans la suite du manuscrit.

## Spectroscopie BEEM

Tout comme en microscopie à effet tunnel, la technique BEEM permet d'effectuer des mesures spectroscopiques locales à n'importe quel emplacement du balayage. On interrompt le balayage à un point précis de l'image. Le courant tunnel est gardé constant pendant l'enregistrement grâce à la boucle de contre-réaction. Un spectre BEEM est la mesure de la variation du courant collecté en fonction de celle de la tension de polarisation tunnel ( $I_B(V_T)$ ). La figure 1.4 montre un des premiers spectres de courant BEEM, mesuré par les inventeurs de la méthode [11]. Comme le courant BEEM est proportionnel au courant tunnel, il est clair que la variable pertinente est le rapport du courant BEEM au courant tunnel,  $I_B/I_T$ , ou  $I_B$  si  $I_T$  est maintenu constant.

### 1.1.3 Microscopie magnétique à électrons balistiques

La microscopie magnétique à électrons balistiques (BEMM) est dérivée du BEEM, en plaçant dans la base métallique une tri-couche magnétique qui fait office de vanne de spin (Co/Cu/Co ou Fe/Au/Fe par exemple). Les premiers travaux relatant des mesures magnétiques utilisant ce dispositif ont été publiés à la fin des années 1990 par W. H. Rippard de l'Université de Cornell [4].

Le schéma de principe de la technique est illustré sur la figure 1.5. Le faisceau d'électrons injectés par la pointe STM est composé de porteurs non polarisés en spin. Prenons un axe de quantification de spin particulier. Sur cet axe, à l'injection, la moitié des spins sont orientés vers le bas et l'autre moitié vers le haut. A la traversée des couches magnétiques, les deux populations de spins ne vont plus être équivalentes car il est connu que dans les métaux magnétiques, la conduction dépend du spin. Dans la majorité des matériaux magnétiques, les spins majoritaires vont être moins atténués en nombre que les spins minoritaires. Si l'on prend les cas de couches magnétiques dont

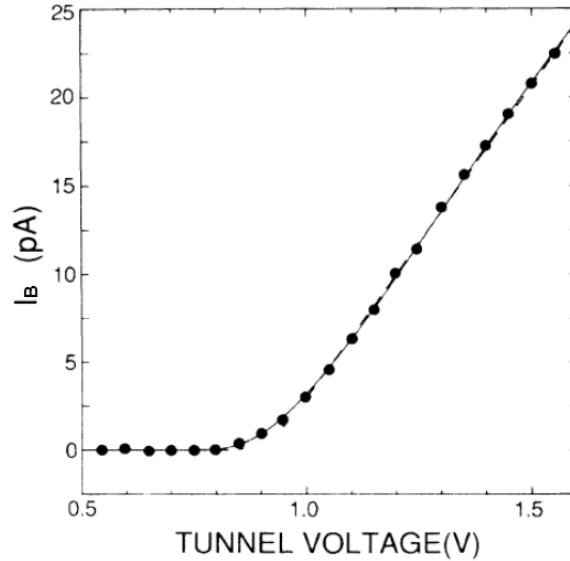


FIG. 1.4: Spectre historique de Bell et Kaiser [11] obtenu avec un échantillon Au/n-Si(100), pour un courant tunnel de 0.87 nA. L'ajustement avec le modèle dit de Bell et Kaiser donne une barrière Schottky de 0.82 eV.

les aimantations sont parallèles ou anti-parallèles, il va se produire le même phénomène de polariseur/analyseur qu'en optique, ce qui sera à l'origine du contraste magnétique.

## 1.2 Physique de l'effet tunnel

Cette section décrit différents modèles permettant de comprendre et quantifier l'effet tunnel, à la base du microscope à effet tunnel.

### 1.2.1 Jonction plane à barrière carrée : probabilité de passage tunnel

Soit une barrière de potentiel de hauteur  $U$  séparant 2 demi-espaces à potentiel nul, et de largeur  $d$ . Un électron d'énergie  $0 < E < U$  ne pourra pas passer classiquement de la gauche à la droite de cette barrière (Fig. 1.6). En mécanique quantique par contre, ce passage a une probabilité non nulle. Dans les zones à potentiel nul, la fonction d'onde de l'électron est une onde plane avec un vecteur d'onde  $\vec{k}$  possédant une composante  $k_x$  selon la normale au plan considéré, et une composante dans ce plan de module  $k_t$ . L'énergie de

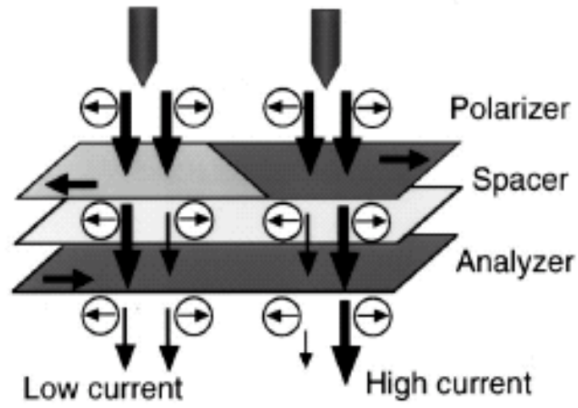


FIG. 1.5: Schéma de principe du BEMM (emprunté à [4]). La première couche polarise le flux d'électrons et la deuxième couche l'analyse, à la manière d'un polariseur/analyseur optique.

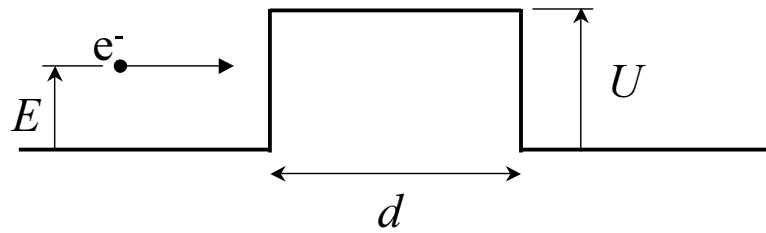


FIG. 1.6: Barrière tunnel carrée à une dimension, non polarisée.

l'électron est donc

$$E = \frac{\hbar^2}{2m} (k_x^2 + k_t^2) \equiv E_x + E_t \quad (1.1)$$

où on a défini les deux fractions de l'énergie cinétique, normale  $E_x$  et transverse  $E_t$ . Dans la barrière, le vecteur d'onde gardera la même composante plane (invariance du problème dans le plan de la barrière) mais aura une autre composante normale  $k'_x$ , telle que

$$E = U + \frac{\hbar^2}{2m} (k_x'^2 + k_t^2) \quad (1.2)$$

Comme  $E$  donc a fortiori  $E_x$  est plus petit que  $U$ , il en résulte que  $k'_x$  est imaginaire pur

$$k'_x = i \frac{\sqrt{2m(U - E_x)}}{\hbar} \equiv i\kappa \quad (1.3)$$

La fonction d'onde se retrouve exponentiellement atténuée sous la barrière. Comme la probabilité de présence est le module carré de la fonction d'onde, on en déduit que la probabilité de passage  $p$  sous la barrière est

$$p = p_0 \equiv \exp(-2\kappa d). \quad (1.4)$$

Ceci n'est pas un calcul de dynamique quantique, mais simplement de statique : l'état avec la particule à gauche "bave" en fait à droite, et  $p$  est la mesure de cette "bavure".

Dans le cas du microscope à effet tunnel, on a une barrière tunnel de hauteur typique  $\Phi = U - E_F \approx 4$  eV (correspondant au travail de sortie d'un métal) et de largeur  $d = 1$  nm. On calcule alors  $\kappa = 10^{10} \text{ m}^{-1}$  soit

$$\kappa^{-1} = 10^{-10} \text{ m} = 1 \text{ \AA}. \quad (1.5)$$

La probabilité de passage tunnel augmente donc d'un facteur 10 en réduisant de 1 Å l'épaisseur de barrière.

### 1.2.2 Jonction plane polarisée : barrière linéaire et courant tunnel

Une tension  $V$  est maintenant appliquée sur la partie à droite de la barrière, ce qui abaisse l'énergie à cet endroit d'une quantité  $eV$ . Comme nous traitons ici des métaux, le champ électrique doit y être nul donc le potentiel constant. La chute de potentiel se produit donc dans la barrière, de manière linéaire (pas de charges dans la barrière).

Il n'y a pas de solution analytique à l'équation de Schrödinger dans un potentiel variant linéairement. Pour une variation du potentiel "lente", on peut utiliser l'approximation dite WKB [12] qui fournit directement

$$p = \exp \left[ -\frac{2}{\hbar} \int_0^d \sqrt{2m(U(x) - E_x)} dx \right] \quad (1.6)$$

avec  $U(x) = U - eVx/d$ .

L'intégrale se calcule analytiquement. Pour des tensions faibles devant la hauteur de barrière  $eV \ll U - E_x$ , on retrouve l'expression (1.4), et en poussant le développement un ordre plus loin, il vient

$$p = p_0 \exp \left[ \frac{d}{2\hbar} eV \sqrt{\frac{2m}{U - E_x}} \right] \quad (1.7)$$

Une valeur précise même pour des polarisations non négligeables est obtenue en prenant la hauteur médiane de barrière [13], ce qui donne

$$p = \exp \left[ -\frac{2d}{\hbar} \sqrt{2m(U - eV/2 - E_x)} \right] \quad (1.8)$$

Pour calculer un courant tunnel, il faut calculer une probabilité de transfert par unité de temps. Deux méthodes essentiellement existent dans la littérature, une méthode de type théorie des gaz et une méthode quantique.

### *Méthode de type théorie des gaz*

Cette méthode semiclassical fut introduite par A. Sommerfeld et H. Bethe [14]. Elle est réexposée dans la Ref. [15] et dans des articles ultérieurs [13].

Le nombre d'électrons  $N_1$  traversant la barrière de la gauche vers la droite par unité de temps s'exprime, en fonction de la probabilité de passage  $p(E_x)$  et de la fonction d'occupation dépendant de l'énergie  $g(E)$  de ces électrons dans l'espace de phase des vitesses (qui donne une densité de population  $dn = g(E)dv_x dv_y dv_z$ ) comme

$$N_1 = \int v_x p(E_x) dv_x \iint g(E) dv_y dv_z \quad (1.9)$$

Dans la vision quantique on s'assure par un facteur additionnel  $[1 - g(E + eV)]$  qu'il existe bien une case libre dans l'électrode de droite, mais au final ces facteurs disparaissent en considérant le courant dans le sens opposé. On fait ensuite la séparation  $E = E_x + E_t$ . Comme  $E_t = m(v_y^2 + v_z^2)/2 = mv_t^2/2$ , on passe en coordonnées cylindriques dans l'espace transverse et obtient

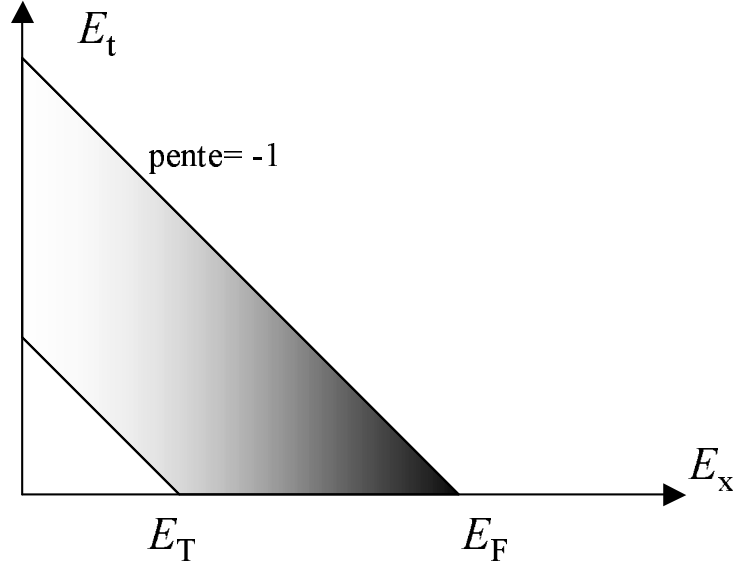


FIG. 1.7: Représentation dans l'espace des énergies (normale et transverse) des limites supérieures et inférieures atteignables par les électrons de l'électrode de gauche. Le dégradé signifie que les électrons passent (par effet tunnel) de moins en moins bien pour des énergies normales sous  $E_F$ .  $E_T = E_F - eV$ .

$dv_y dv_z = (2\pi/m)dE_t$  après intégration sur l'angle. A cause du terme  $v_x$  dans la première intégrale on peut passer en variable  $E_x$  là aussi. On obtient alors une intégration 2D dans l'espace des énergies

$$N_1 = \frac{2\pi}{m^2} \int p(E_x) dE_x \int g(E_x + E_t) dE_t \quad (1.10)$$

Le nombre d'électrons  $N_2$  passant en sens inverse est identiquement exprimé, avec une distribution en énergie décalée par le potentiel  $V$  appliqué à droite. Le courant tunnel est donc au final, dans la limite des faibles températures,

$$J_T = e(N_1 - N_2) = \frac{2\pi e}{m^2} \iint_{E_T < E < E_F} p(E_x) dE_x dE_t \quad (1.11)$$

à la constante de normalisation près liée à la densité électronique. Dans (1.11),  $E_T$  correspond à une énergie égale à celle du niveau de Fermi du métal de l'échantillon ( $E_T = E_F - eV$ ). La figure 1.7 indique la zone sur laquelle intégrer dans cet espace des énergies.



Dans l'approximation de la barrière moyenne (1.8) le calcul se fait analytiquement [15, 13]. La caractéristique courant - tension est alors ohmique en 0, avec une courbure vers le haut (baisse de la résistance) aux plus fortes tensions du fait de la baisse de  $p(E_x)$  avec la tension  $V$  (voir (1.7) ou (1.8)).

Ceci correspond bien aux expériences et Simmons en a donné une approximation polynomiale souvent utilisée [13]. Toutefois, ce traitement à 1 dimension est mal adapté à la géométrie du microscope à effet tunnel, car on y considère les électrons dans une pointe infiniment étendue latéralement. Par contre, le cadre utilisé avec séparation des énergies normale et transverse sera fort utile pour analyser le passage des électrons par dessus la barrière Schottky, tant par effet thermique que balistique.

### *Méthode quantique*

La probabilité de transition par unité de temps est donnée par la règle d'or de Fermi [16]. Pour l'effet tunnel, Bardeen [17, 18] a appliqué cette méthode et obtenu (en comptant les courants dans les deux directions)

$$I_T = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu,\nu} f(E_\mu) (1 - f(E_\nu + eV)) |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu) - \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu,\nu} f(E_\nu + eV) (1 - f(E_\mu)) |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu) \quad (1.12)$$

c'est-à-dire

$$I_T = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu,\nu} [f(E_\mu) - f(E_\nu + eV)] |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu) \quad (1.13)$$

Les états  $\mu$  sont ceux de la pointe seule,  $\nu$  ceux de la surface seule, et  $E_\mu$  (resp.  $E_\nu$ ) les énergies correspondantes. L'occupation des niveaux électroniques est prise en compte par la fonction de Fermi-Dirac  $f(E)$ . L'élément de transition a été exprimé par Bardeen, par intégration selon la normale, comme un courant

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \int_{\Sigma} \left( \psi_\mu^* \vec{\nabla} \psi_\nu - \psi_\nu \vec{\nabla} \psi_\mu^* \right) \cdot d\vec{S} \quad (1.14)$$

L'intégration est à prendre sur une surface quelconque  $\Sigma$  située dans la barrière.

En explicitant les fonctions  $\psi_\mu$  pour une pointe approximée par une nanosphère de rayon  $R$ , Tersoff et Hamann [18] ont montré que la conductivité tunnel  $I_T/V$  à tension nulle était directement proportionnelle à la densité d'états pour les électrons de l'échantillon, prise au centre de cette sphère

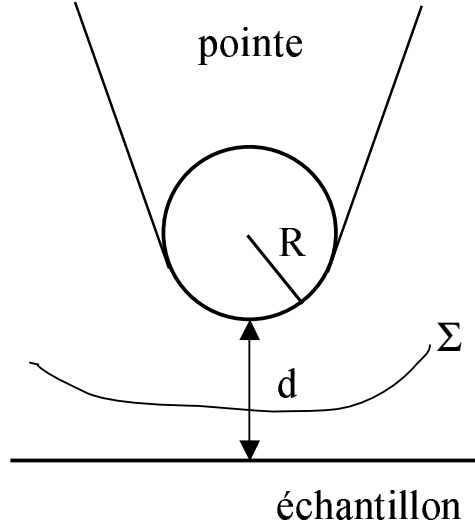


FIG. 1.8: Représentation schématique de la nanosphère-pointe de rayon  $R$  à une distance  $d$  de la surface de l'échantillon.

(position  $\vec{r}_{\text{pointe}}$ ) et à l'énergie de Fermi. Cette densité chute avec la distance  $d$  évidemment comme  $\exp(-2\kappa d)$ , comme on l'a vu dans la section 1.2.1. La relation de Tersoff et Hamann permet aussi de comprendre qu'une image STM ne montre pas seulement la topographie de la surface.

En vue de l'application ultérieure de cette théorie au courant BEEM, nous retiendrons de plus que le modèle de Tersoff et Hamann évalue l'élément de transfert  $M_{\mu\nu}$  comme

$$M_{\mu\nu} \equiv M_{\nu} \propto e^{\kappa(E)R} \psi_{\nu}(\vec{r}_{\text{pointe}}) \quad (1.15)$$

avec  $R$  le rayon de la nanosphère-pointe (voir figure 1.8), et  $\kappa(E)$  donné par (1.3) dans laquelle on remplace l'énergie normale  $E_x$  par l'énergie totale  $E$ . Ceci a été obtenu pour une fonction d'onde  $s$  décrivant la pointe (pour des extensions à d'autres symétries, voir [5]). Comme c'est le module au carré de la fonction d'onde qui intervient dans  $I_T$  (1.13), calculé au centre de la nanosphère-pointe qui se situe dans le vide par rapport à la surface (rappelons que les états  $\nu$  sont ceux de la surface seule), nous retrouvons presque la probabilité  $p$  calculée à la section 1.2.1. En effet le facteur  $e^{\kappa(E)R}$  dans (1.15) compense en partie la décroissance de  $\psi_{\nu}$  entre  $d$  et  $d + R$ , et permet de retrouver la dépendance en  $e^{-2\kappa d}$  du courant tunnel. La différence entre  $\kappa(E)$  et  $\kappa$  entraîne une atténuation supplémentaire des fonctions d'onde à fort moment transverse, liée au rayon  $R$  de la pointe.

Enfin, un traitement quantique plus poussé du couplage entre la pointe et la surface (au delà de la solution au premier ordre de Bardeen) fait apparaître des corrections de réflexions multiples, d'états induits par la pointe [19].

## 1.3 Contact métal/semiconducteur

Nous étudions maintenant la physique de ces contacts : structure de bandes et transport d'électrons à l'équilibre thermodynamique local. Ceci s'appliquera directement aux mesures  $I(V)$  macroscopiques servant à caractériser les échantillons.

### 1.3.1 Formation de la barrière Schottky

Lorsque l'on met en contact un métal et un semiconducteur, il se forme à l'interface une barrière d'énergie pour les porteurs appelée barrière Schottky. Si le semiconducteur est dopé  $n$  c'est une barrière pour les électrons et s'il est dopé  $p$ , c'est une barrière pour les trous. Contrairement à une jonction  $p - n$  dans laquelle c'est la variation du dopage à l'interface qui crée l'effet de rectification, pour la diode Schottky, ce qui compte, c'est la différence de travail de sortie du métal et du semiconducteur (énergie qu'il faut fournir à un électron se trouvant au niveau de Fermi pour l'éjecter du matériau). De plus la conduction électrique n'est pas contrôlée par la recombinaison des porteurs minoritaires, mais par l'émission thermoionique des porteurs majoritaires au-dessus de la barrière. La diode Schottky n'est donc pas limitée dans sa vitesse de basculement par les effets des porteurs minoritaires et cela fait d'elle un excellent candidat pour des applications à hautes fréquences.

Décrivons la formation de la barrière Schottky à partir du transfert de charges qui s'opère au contact des deux matériaux. Tout d'abord, dans le cas d'une diode non polarisée, puis dans le cas d'une diode polarisée.

#### Polarisation nulle

Dans l'approximation de la charge d'espace, le champ électrique  $\mathcal{E}$  selon  $x$  vérifie (Fig. 1.9)

$$\begin{aligned} \frac{d\mathcal{E}}{dx} &= \frac{\rho}{\epsilon} & 0 < x < W \\ &= 0 & x > W \\ \mathcal{E} &= 0 & x < 0. \end{aligned} \tag{1.16}$$

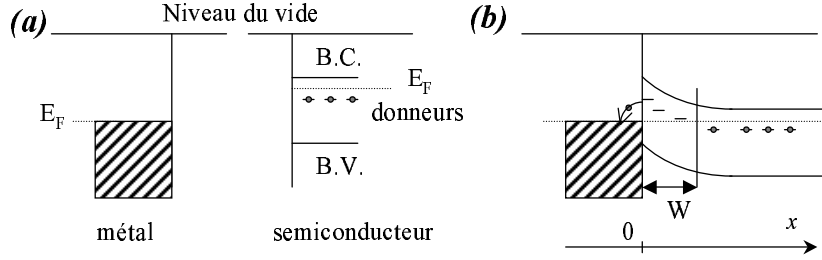


FIG. 1.9: Redistribution de charge à la mise en contact d'un métal et d'un semiconducteur. (a) corps séparés ; (b) corps en contact. Des électrons quittent le semiconducteur pour descendre dans le métal. Ceci vide les donneurs sur une certaine largeur  $W$ , appelée zone de charge d'espace. La redistribution de charge crée un champ électrique selon  $x$  obéissant à l'équation de Poisson, qui donne lieu à la courbure de bande, laquelle explique que les donneurs soient ionisés sur une largeur  $W$  (processus autocohérent).

La solution est donc

$$\begin{aligned} \mathcal{E} &= -\frac{eN_D}{\epsilon}(W-x) & 0 < x < W \\ &= 0 & \text{sinon} . \end{aligned} \quad (1.17)$$

Ce champ est maximum en  $x = 0^+$  et y vaut

$$\mathcal{E}_{\max} = -\frac{eN_D W}{\epsilon} \quad (1.18)$$

Le potentiel électrique  $U$  s'en déduit par intégration selon  $x$

$$\begin{aligned} U &= 0 & x < 0 \\ &= \frac{eN_D}{\epsilon}x(W-x/2) & 0 < x < W \\ &= \frac{eN_D}{2\epsilon}W^2 & x > W . \end{aligned} \quad (1.19)$$

La condition d'alignement des niveaux de Fermi est alors

$$\Phi_M - \Phi_S = \frac{e^2 N_D}{2\epsilon} W^2 \quad (1.20)$$

où  $\Phi_M$  et  $\Phi_S$  sont les travaux de sortie du métal et du semiconducteur respectivement (voir figure 1.12).

Cela permet de trouver la largeur  $W$  de la zone de charge d'espace

$$W = \sqrt{\frac{2\epsilon(\Phi_M - \Phi_S)}{e^2 N_D}} \quad (1.21)$$

ainsi que le champ électrique maximum

$$\mathcal{E}_{\max} = -\sqrt{\frac{2N_D(\Phi_M - \Phi_S)}{\epsilon}} \quad (1.22)$$

Par exemple, pour le silicium à 300 K, on a  $\epsilon_r = 11.9$  [20] ( $\epsilon_r = \epsilon/\epsilon_0$ ) ce qui donne, avec  $\Phi_M - \Phi_S = 1$  eV, une largeur  $W = 360$  nm et un champ électrique  $\mathcal{E}_{\max} = 5.5 \times 10^6$  V/m, pour un dopage de  $N_D = 10^{16}$  cm<sup>-3</sup>.

On montre sur la figure 1.10 le calcul de la densité de charge, du champ électrique, du potentiel électrique et de l'énergie pour les électrons en fonction de la profondeur  $x$  dans le semiconducteur (en nm), à différentes valeurs de dopage.

### Jonction polarisée

Un potentiel  $V$  est appliqué en prenant comme borne + le métal, ce qui signifie que les énergies dans le semiconducteur sont augmentées de  $-e \times -V = eV$ . On néglige ici l'effet du transport associé au potentiel  $V$  qui ajouterait un champ électrique supplémentaire lié à la résistance du semiconducteur (faibles courants). La condition de raccord des niveaux de Fermi devient alors

$$\Phi_M - \Phi_S - eV = \frac{e^2 N_D}{2\epsilon} W^2 \quad (1.23)$$

et donc, pour obtenir  $W$  et  $\mathcal{E}$ , il suffit de remplacer  $\Phi_S$  par  $\Phi_S + eV$ .

Cette expression a une validité limitée :

- pour  $V < 0$  (polarisation en inverse) trop forte,  $W$  augmente mais  $\mathcal{E}_{\max}$  augmente aussi, jusqu'au claquage (pour Si ce champ électrique de claquage vaut  $3 \times 10^7$  V/m [20], ce qui correspond à des dizaines de volts ici).
- pour  $V > 0$  (polarisation en direct) au delà de la valeur  $(\Phi_M - \Phi_S)/e$  (tension dite de bandes plates) la charge d'espace change de signe et n'est plus uniforme (remplissage de la bande de valence); la solution du problème électrostatique n'est alors plus valable.

Sur la Fig. 1.11 on a représenté les niveaux d'énergie électroniques dans le métal et le semiconducteur séparés. La figure 1.12 montre l'évolution de

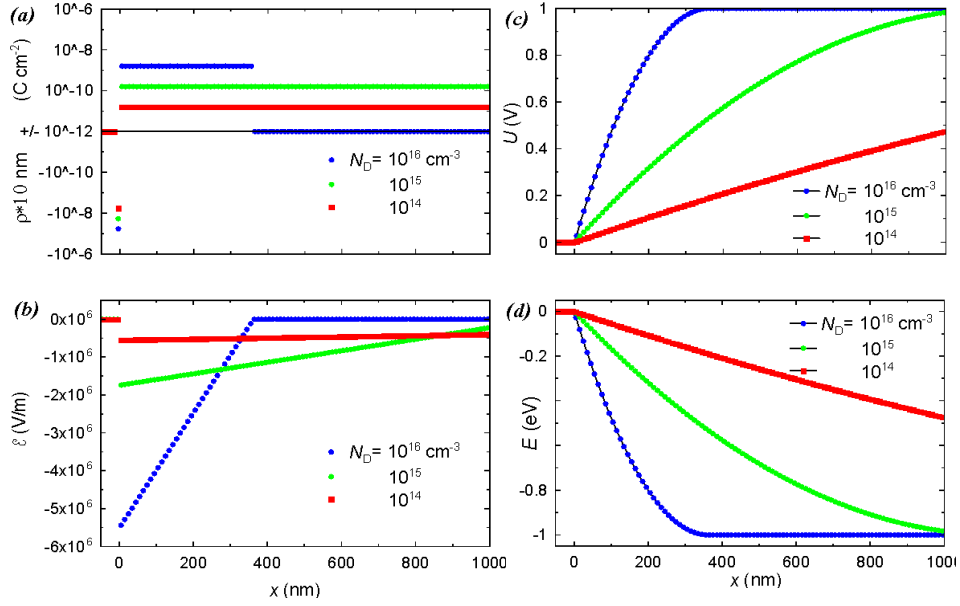


FIG. 1.10: (a) Calcul de la densité de charge contenue à l'interface M/S et dans la zone de déplétion du semiconducteur à la formation d'une barrière Schottky. Calcul fait avec  $\Phi_M - \Phi_S = 1 \text{ eV}$ . On a arbitrairement sommé la charge par tranche de  $10 \text{ nm}$ , afin de pouvoir comparer charges continues en volume et distribution de Dirac à l'interface. Noter l'échelle logarithmique double selon l'axe des ordonnées, permettant de présenter des charges tant positives que négatives. L'axe des abscisses est la profondeur  $x$  dans le semiconducteur (en nm). (b) Calcul du champ électrique associé à la densité de charge. (c) Potentiel électrique découlant du calcul de champ électrique dans la zone de déplétion du semiconducteur. (d) Energie électronique dans la zone de déplétion du semiconducteur d'un contact M/S. La courbure de bande résultant du transfert de charges crée une barrière d'énergie pour les électrons. La hauteur de cette barrière est donnée par  $\Phi_B = \Phi_M - \chi$  (figure 1.12).

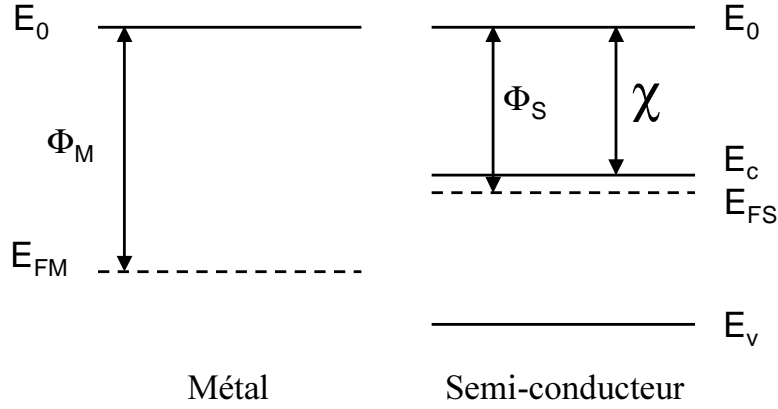


FIG. 1.11: Bandes d'énergie du métal et du semiconducteur avant mise en contact.  $E_0$  représente le niveau d'énergie du vide,  $E_{FM}$  ( $E_{Fsc}$ ) le niveau de Fermi du métal (semiconducteur),  $E_c$  le bas de la bande de conduction et  $E_v$  le haut de la bande de valence du semiconducteur.  $\Phi_M$  ( $\Phi_S$ ) est le travail de sortie du métal (du semiconducteur) et  $\chi$  l'affinité électronique du semiconducteur.

ces niveaux lors de la mise en contact, et définit les différentes grandeurs physiques.

### 1.3.2 Transport thermoionique

Le calcul du courant traversant la barrière Schottky a été fait selon le modèle de Bethe [20]. Il est analogue à celui de la pression d'un gaz parfait, en utilisant la relation de dispersion des électrons dans le semiconducteur (approximation de la masse effective isotrope  $m^*$ ), et la statistique de Maxwell-Boltzmann.

Le courant s'exprime alors comme

$$J = J_s \left( \exp \left( \frac{eV}{k_B T} \right) - 1 \right) \quad (1.24)$$

le courant à saturation  $J_s$  étant donné par

$$J_s = A^* T^2 \exp \left( - \frac{\Phi_B}{k_B T} \right) \quad (1.25)$$

avec  $A^*$  la constante de Richardson

$$A^* = \frac{4\pi e m^* k_B^2}{h^3} \quad (1.26)$$

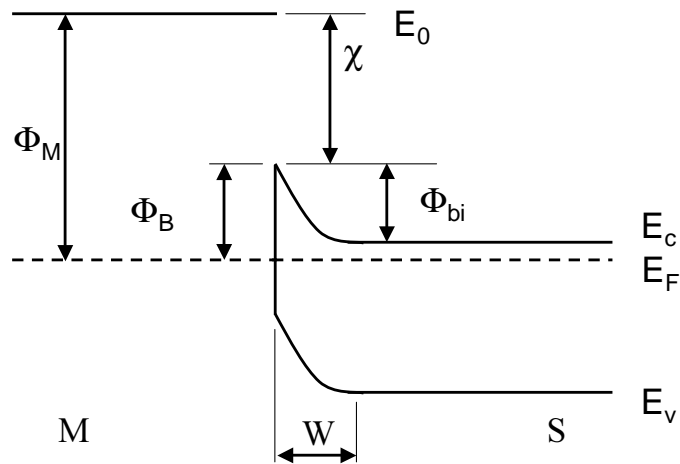


FIG. 1.12: Bandes d'énergie du métal et du semiconducteur en contact. Les niveaux de Fermi des deux matériaux se sont égalisés. La barrière Schottky résulte de la courbure de la bande de conduction dans la zone de déplétion du semiconducteur.  $\Phi_{bi}$  est le potentiel "built in". La hauteur de la barrière Schottky,  $\Phi_B = \Phi_M - \chi$  (en eV), est définie entre le niveau de Fermi du métal et le haut de la courbure de la bande de conduction.  $W$  est la largeur de la zone de déplétion.

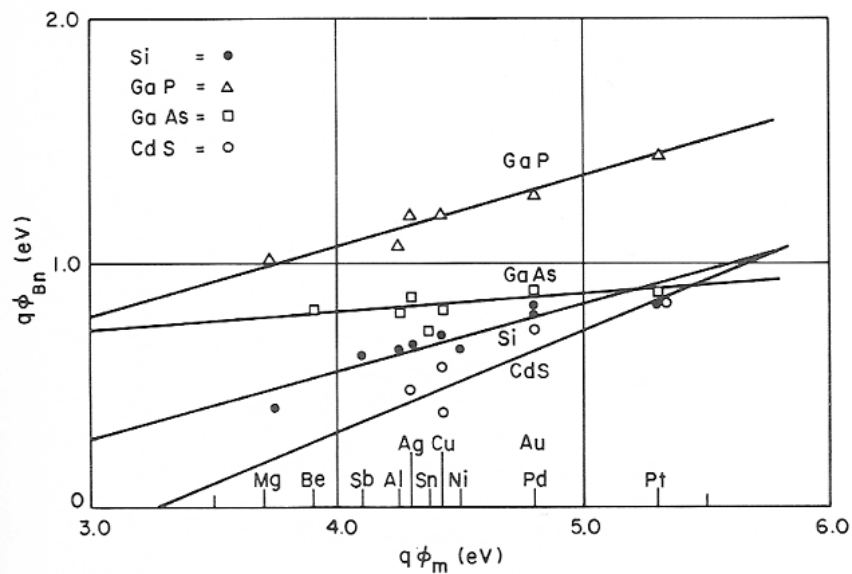


FIG. 1.13: Hauteurs des barrières Schottky pour différents couples M/S en fonction du travail de sortie des métaux considérés.[20]



Pour des électrons libres  $m^* = m$  la constante de Richardson vaut  $A = 120 \text{ A cm}^{-2} \text{ K}^{-2}$ . Lorsque la masse effective n'est pas isotrope (ce qui est le cas de Si, mais pas de GaAs), une masse effective dépendant de l'orientation cristallographique de l'interface peut être définie [20]. Pour un semiconducteur peu dopé il faut de plus prendre en compte le champ électrique associé au courant et la diffusion des porteurs [20]. Une constante de Richardson effective modifiée  $A^{**}$  a ainsi été introduite, peu différente de  $A^*$  aux dopages que nous utilisons. Pour le Si, nous avons pris la valeur  $A^{**} = 120 \text{ A cm}^{-2} \text{ K}^{-2}$ , c'est-à-dire la même que celle pour les électrons libres. Ceci se justifie par le fait que cette constante n'apparaît que dans le préfacteur de l'exponentielle (dans  $J_s$ ) qui est très grande car  $\Phi_B = 0.8 \text{ eV}$  est largement supérieure à  $k_B T \simeq 25 \text{ meV}$  (25.89 meV à  $T = 300 \text{ K}$ ).

Dans la pratique, le courant à travers une jonction Schottky est analysé sous une forme à deux paramètres comprenant, en plus de  $J_s$ , un facteur d'idéalité  $n$ .

$$J = J_s \left( \exp \left( \frac{eV}{nk_B T} \right) - 1 \right) \quad (1.27)$$

Ce facteur  $n > 1$  correspond à (voir à nouveau la référence [20])

- l'effet Schottky de réduction de la barrière par l'effet de force image (l'électron qui part est retenu par le trou qu'il laisse derrière lui), et sa dépendance en tension appliquée ;
- de manière générale toute variation de la barrière Schottky avec la tension appliquée.

L'expérience montre que pour un bon échantillon  $1 < n < 1.1$  typiquement.

### ***Résistance de la diode Schottky à polarisation nulle***

Lors d'une expérience BEEM, on polarise la couche métallique face-avant par rapport à la pointe mais on ne polarise pas la diode Schottky. C'est donc la valeur de la résistance de la diode à tension nulle ( $R_0 = R_{V=0}$ ) qui nous intéresse. On peut exprimer la résistance à polarisation nulle à partir de l'équation (1.27) :

$$R_{V=0} \times S = \left[ \left( \frac{dJ}{dV} \right)_{V=0} \right]^{-1} \quad (1.28)$$

où  $S$  est la surface de la diode. On trouve donc

$$R_0 = \frac{nk_B T}{eS J_s} \quad (1.29)$$

Or d'après l'équation (1.25)

$$J_s = A^*T^2 \exp\left(-\frac{\Phi_B}{k_B T}\right)$$

D'où, si l'on remplace  $J_s$  dans l'équation 1.29 on a

$$R_0 = \frac{nk_B}{eSA^*T} \exp\left(\frac{\Phi_B}{k_B T}\right) \quad (1.30)$$

Cette relation nous apprend que si l'on veut augmenter la résistance à tension nulle de la jonction Schottky, il faut diminuer la taille de la diode ou diminuer la température. Le paramètre sur lequel nous avons agi au cours de ce travail a été uniquement la surface des jonctions Schottky.

### 1.3.3 Le contact ohmique

Lorsque le dopage devient très élevé, d'une part la barrière Schottky devient très étroite, et d'autre part le champ électrique y excède le champ de claquage du semiconducteur.

La décroissance de la largeur de la barrière Schottky rend possible sa traversée par effet tunnel. Une estimation simple de la conductance tunnel à travers celle-ci est obtenue facilement à partir du calcul précédent qui a fourni une largeur  $W$  et une hauteur  $\Phi_B$ , en utilisant par exemple (1.4) ou plutôt (1.6-1.8). Sze [20] a ainsi calculé qu'à 300 K, il faut un dopage de l'ordre de  $N_D = 1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  pour que le courant tunnel atteigne le niveau du courant thermo-ionique.

Les contacts ohmiques sont donc réalisés par fort dopage en surface. Nous discuterons dans le chapitre 2 de la façon dont nous avons fabriqué les contacts ohmiques face-arrière.

## 1.4 Electrons chauds au passage de la barrière Schottky

Différents modèles ont été avancés pour expliquer les courbes expérimentales de spectroscopie BEEM (voir figure 1.4). Cette courbe présente plusieurs aspects remarquables :

- le courant BEEM est linéaire, pour des tensions au dessus de 1 V environ ;
- il existe un certain seuil en tension au delà duquel le courant BEEM apparaît, mais ce seuil est difficile à évaluer du fait de la courbure dans cette relation courant-tension au voisinage du seuil ;

- on ne détecte pas de saturation pour ces tensions, alors qu'on doit avoir  $I_B < I_T$ .

Une analyse purement mathématique de cette courbe expérimentale la traite comme une branche d'hyperbole

$$\frac{I_B}{I_T} = \frac{(V - V_0) + \sqrt{(V - V_0)^2 + 4V_2^2}}{2V_1} \quad (1.31)$$

Ceci permet de déterminer efficacement  $V_0$ , point de croisement des asymptotes,  $V_1$  qui donne la pente de la variation linéaire et  $V_2$  qui contrôle l'arrondi de l'hyperbole (la distance de cette courbe par rapport aux asymptotes).

Comme nous allons le voir toutefois dans ce qui suit, cette belle loi mathématique n'est pas du tout étayée par la physique du problème. En particulier, le potentiel  $V_0$  n'est en rien la barrière Schottky  $\Phi_B/e$  (il lui est toujours supérieur).

#### 1.4.1 Modèle de Bell et Kaiser, dit d'espace des phases

L'un des tout premiers modèles a été formulé par les inventeurs du BEEM, Bell et Kaiser (BK). Nous exposons ici un calcul dont les hypothèses reprennent le modèle BK en poussant au maximum les calculs analytiques, ce qui apparemment n'avait pas été fait jusqu'ici. Cela nous fournit des expressions simples et facilement ajustables aux spectres expérimentaux.

On raisonne en prenant comme référence les états électroniques dans la pointe, l'origine des énergies étant prise en bas de la bande de conduction du métal. L'énergie  $E$  des électrons s'écrit, dans l'approximation des électrons libres, et en séparant les contributions normale ( $x$ ) et transverse ( $t$ ) à l'interface

$$E = E_x + E_t = \frac{\hbar^2}{2m} (k_x^2 + k_t^2) \quad (1.32)$$

L'effet tunnel entre la pointe et la couche métallique ne se produit que dans la gamme d'énergie

$$E_T \equiv E_F - eV < E < E_F \quad (1.33)$$

Pour des électrons balistiques arrivant dans le semiconducteur, cette même énergie  $E$  se décomposera de la manière suivante

$$E = E_F - eV + \Phi_B + E'_x + \frac{\hbar^2}{2m^*} k_t^2 \quad (1.34)$$

Cette équation fait l'hypothèse très importante de la conservation du moment transverse  $k_t$ , ce qui est valable pour une interface plane (à l'échelle

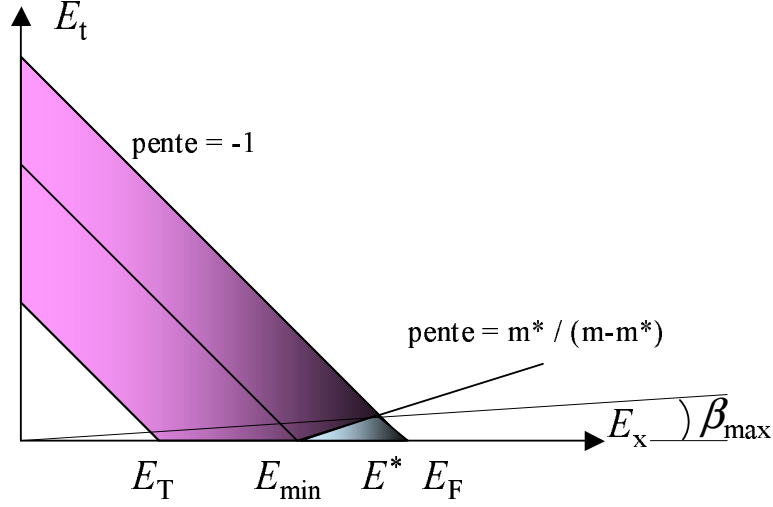


FIG. 1.14: Représentation des bornes d'intégration des énergies électroniques disponibles pour l'injection tunnel et le passage à l'interface M/S dans les directions normale et transverse. Le grand trapèze hachuré concerne la sélection des électrons en fonction de l'énergie de passage tunnel. Le petit triangle hachuré prend en compte les conditions de passage en énergie ( $E > E_{\min}$ ) et en conservation du moment transverse à l'interface (droite de pente  $m^*/(m - m^*)$ ). On indique aussi l'angle ( $\beta_{\max}$ ) qui détermine la résolution spatiale latérale du BEEM.

de la longueur d'onde transverse des électrons considérés). Ceci est analogue au calcul en optique ondulatoire de la réfraction de la lumière.

Le passage de la barrière Schottky ne se produit que pour

$$E > E_{\min} \equiv E_F - (eV - \Phi_B) \quad (1.35)$$

Comme  $m^* < m$  on tire de (1.34) la limitation de  $E_t$

$$E_t \leq \frac{m^*}{m - m^*} (E_x - E_{\min}) \quad (1.36)$$

Ces limites (1.33, 1.35, 1.36) sont reportées sur la Fig. 1.14, tracée dans l'espace  $(E_x, E_t)$ . Il y apparaît une énergie transverse maximum pour une énergie normale valant  $E^*$ , située entre  $E_{\min}$  et  $E_F$ , et définie comme

$$E^* = \left(1 - \frac{m^*}{m}\right) E_F + \frac{m^*}{m} E_{\min} \quad (1.37)$$

### Résolution spatiale du BEEM

Il est tout d'abord possible de calculer le demi-angle au sommet  $\theta_{\max}$  du

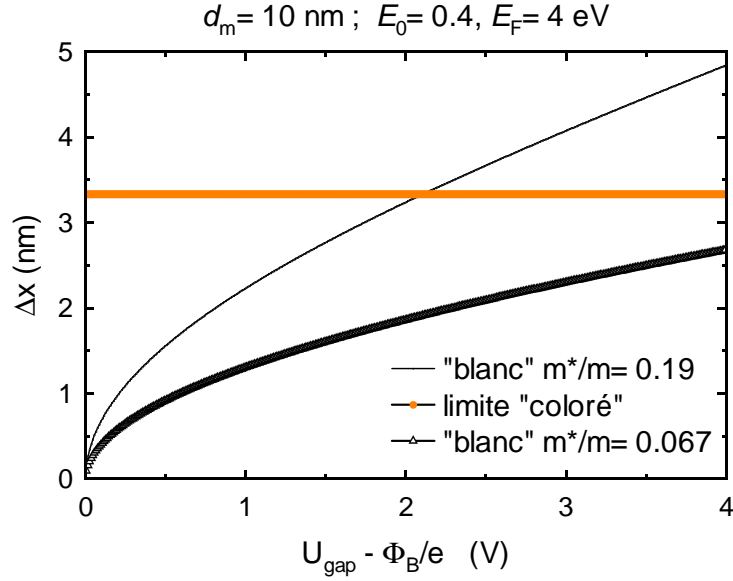


FIG. 1.15: Calcul de la résolution spatiale latérale du BEEM pour le Si (trait fin) et le GaAs (trait gras) dans le cadre du modèle "blanc". On a placé la limite (trait gris) de la résolution dans le modèle "coloré".

cône d'acceptation des électrons à l'interface Au/Si

$$\tan^2 \theta_{\max} = \frac{E_F - E^*}{E^*} = \frac{\frac{m^*}{m} (eV - \Phi_B)}{E_F - \frac{m^*}{m} (eV - \Phi_B)} \quad (1.38)$$

avec  $\tan^2 \theta_{\max} = \tan^2 \beta_{\max}$ , où  $\beta_{\max}$  est l'angle représenté sur le schéma de la figure 1.14.

Une estimation simple de la résolution latérale de cette microscopie est alors

$$\Delta x = d_m \tan \theta_{\max} = d_m \sqrt{\frac{\frac{m^*}{m} (eV - \Phi_B)}{E_F - \frac{m^*}{m} (eV - \Phi_B)}} \quad (1.39)$$

où  $d_m$  est l'épaisseur de la couche métallique de la base. Cette valeur est tracée dans la figure 1.15. La résolution devient moins bonne au fur et à mesure que l'on dépasse le seuil. Le compromis entre signal et résolution sera en pratique arbitré par le bruit additionnel sur le courant BEEM.

### Modèle "blanc"

Si, dans un premier temps, on néglige la dépendance en énergie des électrons de la transmission tunnel (modèle de l'effet tunnel "blanc") le calcul

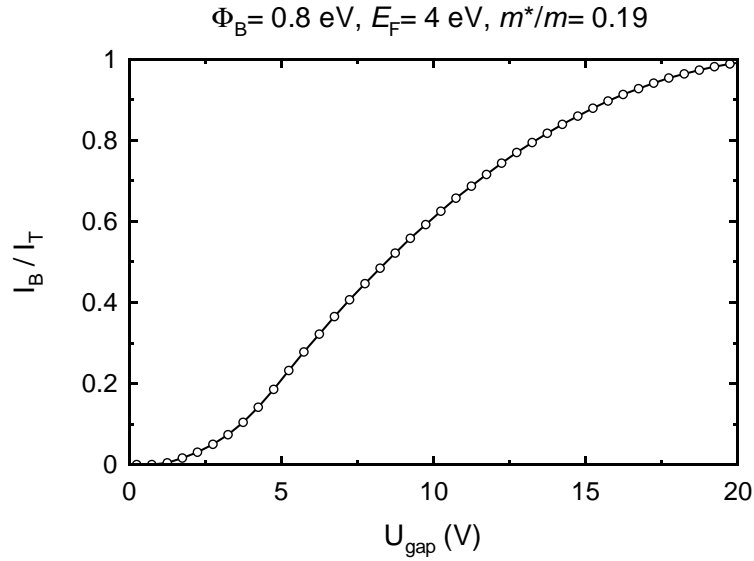


FIG. 1.16: Calcul d'un spectre BEEM attendu pour une barrière Schottky Au/Si dans le cadre du modèle "blanc" avec  $\Phi_B = 0.8 \text{ eV}$ , une masse effective électronique dans le silicium  $m^* = 0.19 m$  et un facteur de transmission de la couche métallique  $T = 1$ . Calcul pour une tension tunnel variant de 0 à 20 V. Le signal décolle juste avant 1 V, est linéaire entre 1 et 3 V environ et sature à l'unité comme prévu à très haute tension.

des courants tunnel et BEEM se ramène à un simple calcul de surfaces. Cela donne [11]

$$I_T = CeV (E_F - eV/2) \quad (1.40)$$

et

$$I_B = C \frac{m^*}{2m} (eV - \Phi_B)^2 \quad (1.41)$$

où  $C$  est une constante.

Le courant BEEM relatif  $I_B/I_T$  varie alors en puissance 2 de la tension au delà du seuil. Cette relation est tracée dans les figures 1.16 et 1.17 pour des valeurs raisonnables, correspondant au couple Au/Si. On remarque que

- pour atteindre  $I_B/I_T = 1$  il faut des tensions tunnel extrêmement fortes ;
- la linéarité du rapport  $I_B/I_T$  en fonction de la tension tunnel au dessus du seuil est assez moyenne ;
- le courant BEEM est relativement faible

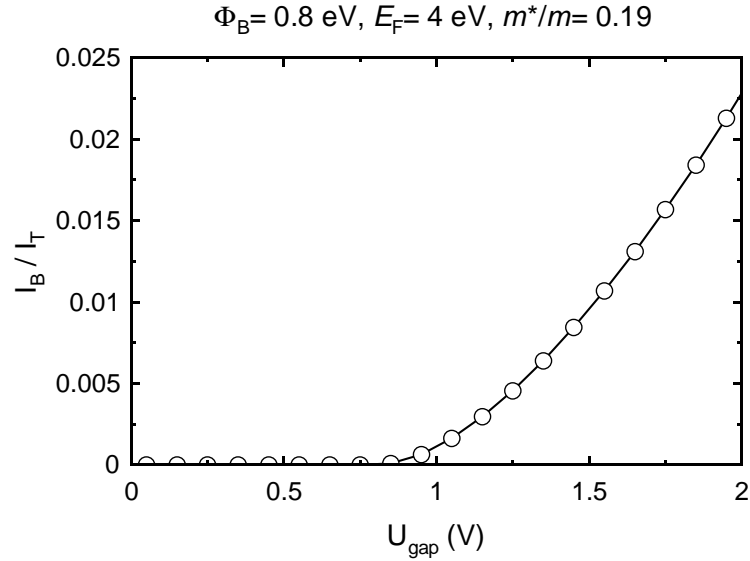


FIG. 1.17: Agrandissement de la courbe de la figure 1.16 entre 0 et 2 V, correspondant à la région expérimentale. On observe le signal qui décolle à 0.8 V et une partie quasi-linéaire de la courbe à plus haute tension.

### Modèle "coloré"

Toutefois, comme nous l'avons vu plus haut, la transmission de la barrière tunnel décroît pour des électrons de plus en plus profonds sous le niveau de Fermi de la pointe. Nous parlons alors de modèle "coloré" du courant tunnel.

Un développement de la transmission de la barrière, donc de la probabilité de passage  $p$  donnée par (1.3) et (1.4), en fonction de l'écart d'énergie par rapport à  $E_F$  montre qu'on peut écrire

$$\frac{p(E_x)}{p(E_F)} = \exp\left(-\frac{E_F - E_x}{E_0}\right) \quad (1.42)$$

où l'énergie caractéristique  $E_0$  est estimée à

$$E_0 = \frac{\hbar}{d} \sqrt{\frac{\Phi}{2m}} \quad (1.43)$$

avec  $d$  la distance pointe-surface (largeur de la barrière tunnel) et  $\Phi = U - E_F$  la hauteur de la barrière tunnel, qui en toute rigueur doit être prise dépendante de la tension tunnel (une approximation simple donne  $\Phi(V) = \Phi_0 - eV/2$ ). Avec  $d = 1 \text{ nm}$ ,  $\Phi = 4 \text{ eV}$ , (1.43) fournit une valeur typique  $E_0 = 0.39 \text{ eV}$ .

Pour pouvoir faire analytiquement le calcul des courants tunnel et BEEM, on prendra simplement  $E_0$  comme une constante. Le même calcul que pour (1.40,1.41) donne alors

$$I_T = C' \left[ 1 - \exp\left(-\frac{eV}{E_0}\right) - \frac{eV}{E_0} \exp\left(-\frac{E_F}{E_0}\right) \right] \quad (1.44)$$

pour  $0 < eV < E_F$ , et

$$I_B = C' \left[ 1 - \frac{m}{m - m^*} \exp\left(-\frac{m^*}{m} \left(\frac{eV - \Phi_B}{E_0}\right)\right) + \frac{m^*}{m - m^*} \exp\left(-\left(\frac{eV - \Phi_B}{E_0}\right)\right) \right] \quad (1.45)$$

où  $C'$  est une autre constante.

À notre connaissance, de telles expressions analytiques n'existent pas dans la littérature. On trouve en effet soit des modèles tout numériques (jusqu'à de type Monte-Carlo), donc de type "boîte noire" et non portables, soit des ajustements aux lois de puissance valables près du seuil, de la forme  $A(V - V_s)^p$ . Ces derniers pêcheront par leur inaptitude à décrire la zone linéaire, ce qui se voit par le fait que l'exposant  $p$  est mal défini et que le seuil obtenu en dépend fortement [21, 8]. Le modèle qui s'approche le plus de celui présenté ici est celui de Smith et Kogan [22], mais qui n'arrive pas in fine à des expressions analytiques.

Le rapport des courants est tracé dans les figures 1.18 et 1.19. On remarque, par comparaison au modèle "blanc", que

- le rapport des courants est plus linéaire qu'auparavant ;
- la saturation est atteinte plus tôt (aux environs de  $E_F$ ) ;
- le courant BEEM est plus élevé en valeur relative. En effet, la coloration du courant le concentre au niveau de la pointe du triangle dessiné en Fig. 1.14, dans une zone de forte transmission BEEM ;
- on s'attend à ce que la dégradation de la résolution lorsqu'on augmente la surtension  $V - \Phi_B/e$  soit limitée par la coupure en énergie introduite par  $E_0$ , avec une valeur typique

$$\tan^2 \theta_{\max} = \frac{E_0}{E_F - E_0}. \quad (1.46)$$

Cette limite a été reportée sur la figure 1.15, où il apparaît qu'en pratique elle ne sera pas atteinte pour GaAs et juste atteinte pour Si (à 2 V).

Ces expressions analytiques étant des combinaisons d'exponentielles avec des énergies caractéristiques différentes (mais pas assez différentes en fait), il



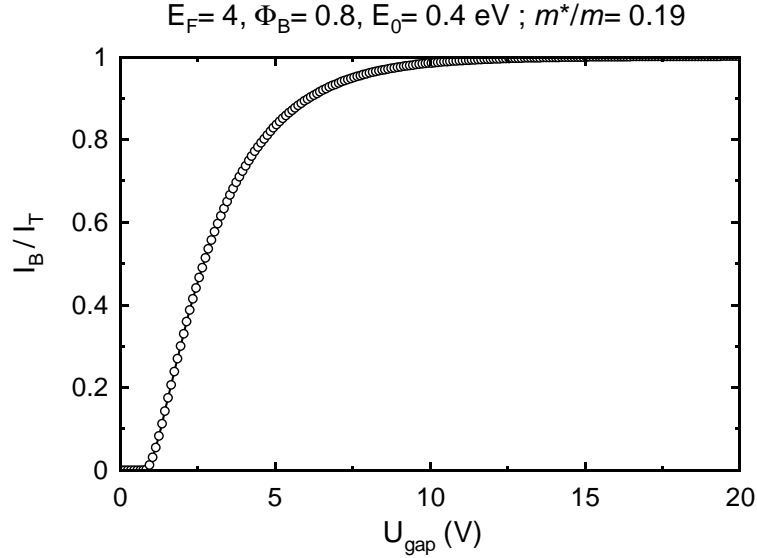


FIG. 1.18: Calcul d'un spectre BEEM attendu pour une barrière Schottky Au/Si dans le cadre du modèle "coloré", avec  $\Phi_B = 0.8 \text{ eV}$ , une masse effective électronique dans le silicium  $m^* = 0.19 m$ . Le paramètre  $E_0$  apparaît dans l'exponentielle décroissante de la transmission tunnel relative dépendant de l'énergie sous  $E_F$  (équation (1.42)). Calcul pour une tension tunnel variant de 0 à 20 V. Le signal décolle juste avant 1 V, est linéaire entre 1 et 3 V environ et sature à l'unité comme prévu à haute tension.

n'est pas facile d'en construire des approximations qui soient à la fois simples et précises.

Par exemple, dans la limite (assez réduite!)  $E_0 \ll eV - \Phi_B \ll E_0 m/m^*$  on arrive à

$$\frac{I_B}{I_T} = \frac{m^*}{(m - m^*) [1 - \exp(-\Phi_B/E_0)]} \left( \frac{eV - \Phi_B - E_0}{E_0} \right) \quad (1.47)$$

qui donne un croisement des asymptotes à  $V_0 = (\Phi_B + E_0)/e$  et une pente reliée à  $m^*$  et  $E_0$  (le paramètre  $V_1$  de la loi hyperbolique (1.31)). Toutefois ce point de croisement est trop élevé, et la pente trop forte par rapport au calcul complet. Ceci est l'autre raison pour laquelle nous n'avons pas poursuivi l'analyse des données de spectroscopie BEEM par des hyperboles.

Le rapport des expressions (1.45) et (1.44) sera utilisé dans la suite de ce travail pour analyser les spectres expérimentaux. Nous garderons  $E_F = 4 \text{ eV}$ ,  $E_0 = 0.4 \text{ eV}$  et prendrons  $m^*/m = 0.19$  pour le Si et 0.067 pour GaAs. Afin de visualiser l'effet des principaux paramètres sur les spectres BEEM, nous

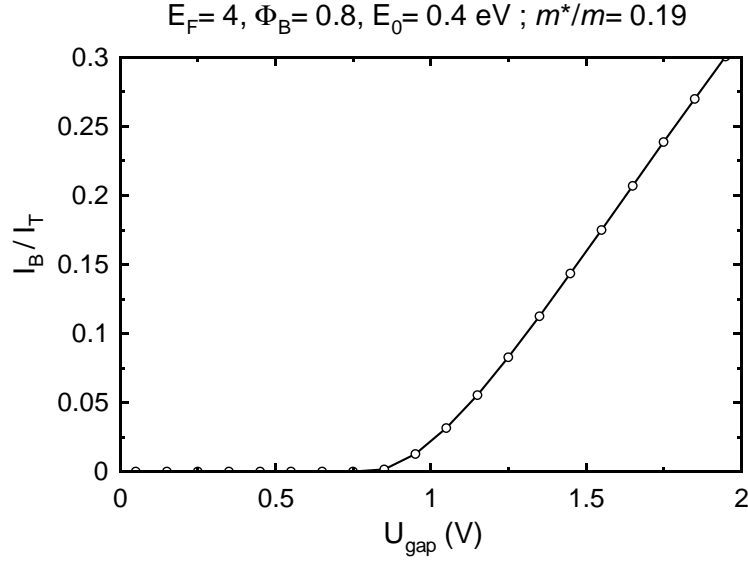


FIG. 1.19: Agrandissement de la courbe de la figure 1.18 entre 0 et 2 V, correspondant à la région expérimentale. On observe le signal qui décolle à 0.8 V et une partie linéaire de la courbe à plus haute tension. Ce calcul donne une allure d'un spectre BEEM tout à fait en accord avec ceux obtenus expérimentalement (figure 1.4 ainsi que les spectres présentés au chapitre 3).

montrons en Fig.1.20 la transformation d'un spectre BEEM lorsqu'on change la hauteur de barrière Schottky  $\Phi_B$  ou la masse effective  $m^*$ . Varier  $\Phi_B$  conduit à une translation horizontale du spectre, alors que la pente linéaire est contrôlée par la masse effective  $m^*$ , essentiellement. La valeur du niveau de Fermi par rapport au bas de bande  $E_F$  n'a que peu d'influence. Enfin, décroître l'énergie de coloration  $E_0$  ramènera progressivement les spectres à ceux du modèle blanc montrés précédemment. Toutefois, la relation définissant cette énergie (1.43) montre qu'elle ne doit guère varier.

### ***Cas de la non conservation du moment transverse***

Dans le cas où le moment transverse  $k_t$  ne se conserve pas à l'interface, la restriction de l'espace des phases due à la masse effective ne s'applique plus. Le calcul des courants tunnel et balistique se fera donc comme indiqué au paragraphe 1.2.2, avec comme énergie inférieure selon l'axe  $E_x$  soit  $E_T = E_F - eV$  (pour le courant tunnel  $I_T$ ) soit  $E_{\text{min}} = E_F - (eV - \Phi_B)$  (pour le courant BEEM  $I_B$ ). On peut alors utiliser deux fois l'expression analytique de  $I_T$  dans le modèle coloré (1.44). La Fig. 1.21 montre le résultat de ce

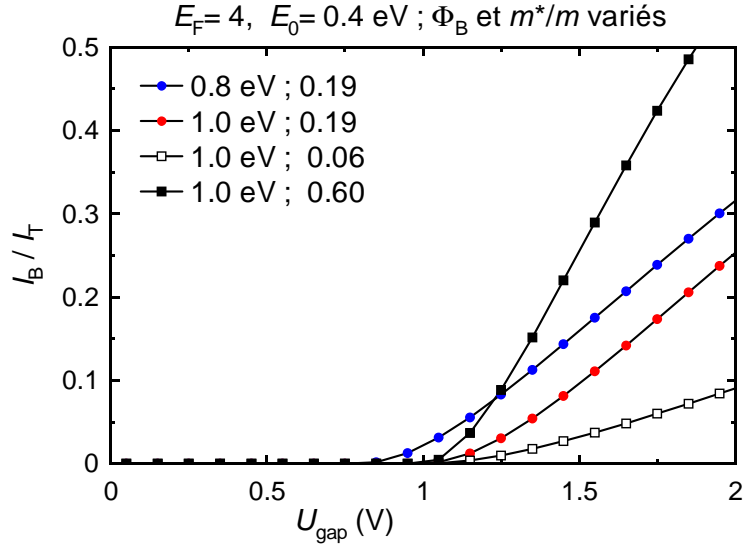


FIG. 1.20: Influence des paramètres principaux  $\Phi_B$  et  $m^*$  sur l'allure du spectre BEEM calculé. La hauteur de barrière détermine la tension de décollage et la masse effective donne la pente de la partie linéaire du spectre, essentiellement.

calcul. Il est aussi comparé au résultat tiré du modèle "blanc" associé, qui s'écrit directement

$$\frac{I_B}{I_T} = \frac{eV - \Phi_B}{\Phi_B}. \quad (1.48)$$

De tels spectres ont été parfois obtenus dans la littérature. Par exemple, la ref. [23] qui se rapporte à NiSi<sub>2</sub> / Si(111)-(7x7) l'attribue à un fort désordre atomique de l'interface par incorporation d'atomes étrangers (Ni dans le cas cité ici). La saturation est par ailleurs trouvée à un courant BEEM relatif de 0.73, ce qui est attribué au coefficient de transmission quantique que nous discutons dans la Sec. 1.4.2.

### 1.4.2 Modèle de Ludeke-Prietsch

Les modèles précédents ne prenaient pas en compte la transmission quantique des fonctions d'onde (l'équivalent des coefficients de Fresnel en optique). Ce terme additionnel a été introduit par Ludeke et Prietsch dans le contexte du BEEM [8].

Le calcul quantique de la transmission d'une onde plane qui a un vecteur d'onde selon la normale  $k_x$  différent de part et d'autre de l'interface donne

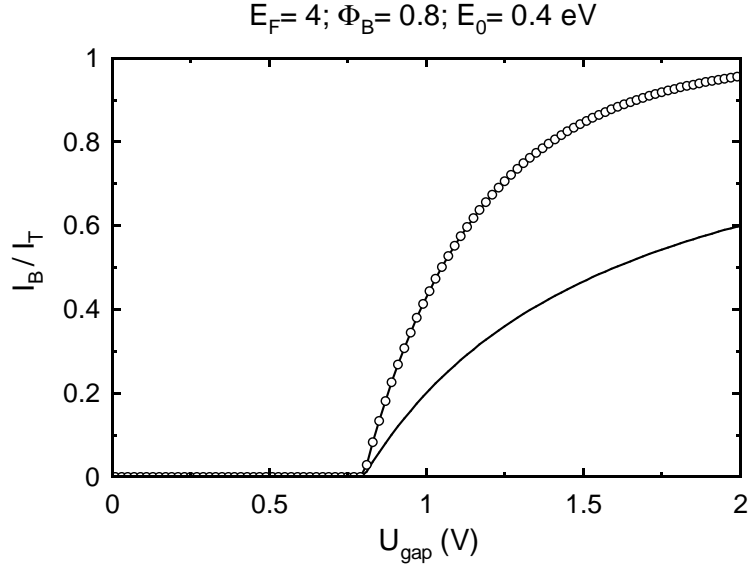


FIG. 1.21: Spectre BEEM calculé pour une interface Au/Si avec absence totale de conservation du vecteur d'onde transverse. Le décollage du courant BEEM est extrêmement rapide, ainsi que sa saturation vers  $\approx 2 \text{ V}$ . La courbe en trait fin est la relation "blanche" (1.48).

en effet, en termes de courant

$$T_{\text{quant}} = \frac{4k_x k'_x}{(k_x + k'_x)^2} \quad (1.49)$$

En fonction des énergies  $E_x$  et  $E_t$  introduites plus haut, ce facteur s'exprime comme

$$T_{\text{quant}} = 4 \frac{\sqrt{mE_x} \sqrt{m^* (E_x - E_{\text{min}} - \frac{m-m^*}{m^*} E_t)}}{\left[ \sqrt{mE_x} + \sqrt{m^* (E_x - E_{\text{min}} - \frac{m-m^*}{m^*} E_t)} \right]^2} \quad (1.50)$$

L'intégration en  $E_t$ , qui était triviale auparavant, devient plus compliquée. Pour une masse effective faible on aura  $k'_x \ll k_x$ , et il est alors possible de simplifier ce facteur en

$$T_{\text{quant}} \approx 4 \sqrt{\frac{m^* (E_x - E_{\text{min}} - \frac{m-m^*}{m^*} E_t)}{mE_x}} \quad (1.51)$$

Cela simplifie un peu l'intégration, mais le calcul des courants ne peut toujours pas être mené au bout analytiquement.

Dans le modèle "blanc" par contre, comme l'exponentielle disparaît on voit immédiatement que le courant BEEM variera comme la puissance  $5/2$  de l'écart au seuil [8].

Il faut aussi noter que des modèles basés sur les mêmes ingrédients ont été appliqués aux transport d'électrons chauds dans des transistors "à trois terminaux" comportant couches magnétiques et barrières tunnel [24], et aussi auparavant à la description de l'effet tunnel polarisé en spin [25]. Ces travaux, ainsi que ceux qui les ont précédés, insistent sur la nécessité de prendre en compte le facteur de transmission quantique aux interfaces, c'est-à-dire le modèle le plus complet. Par ailleurs, les paramètres décrivant les électrons ont été ajustés sur des calculs de structure électronique, et non seulement posés comme nous l'avons fait. Par contre, des expressions analytiques générales ne sont pas non plus déduites par ces auteurs.

Pour nos calculs, nous avons simplement supposé que le facteur de transmission quantique aux interfaces était constant. Son ordre de grandeur est 0.5 pour Si (avec  $m^*/m = 0.19$ ,  $E_F = 4$  eV et  $eV - \Phi_B = 0.5$  eV on obtient  $T_{\text{quant}} = 0.6$ ). Il en résulte que les estimations de transmission des électrons balistiques, faites en ajustant les données expérimentales au modèle "coloré" sans facteur de transmission quantique, seront pessimistes d'un facteur de l'ordre de 2.

## 1.5 Transport balistique dans une couche métallique

### 1.5.1 Cas non magnétique

Les électrons sont injectés à une énergie d'environ 1 eV au dessus du niveau de Fermi du métal constituant la base. Parmi les différents processus de diffusion que peut subir un électron, on dénombre les diffusions élastiques électron-phonon, électron-impureté, électron-défaut et les diffusions inélastiques électron-électron. On relie un libre parcours moyen à chacun de ces processus. La littérature [9] regroupe les processus élastiques en un seul libre parcours moyen élastique  $\lambda_e$ , qui ne dépend pas de l'énergie (mais dépend de la température et du taux d'impuretés). Pour les processus inélastiques, un libre parcours moyen  $\lambda_I$  est introduit aussi, pour lequel on attend une dépendance en fonction de l'énergie des électrons. En effet, comme le nombre d'états disponibles aux énergies inférieures vers lesquels diffuser un électron chaud augmente linéairement avec son énergie, on s'attend à ce que  $1/\lambda_I$  augmente linéairement avec l'énergie en excès au dessus du niveau de Fermi.

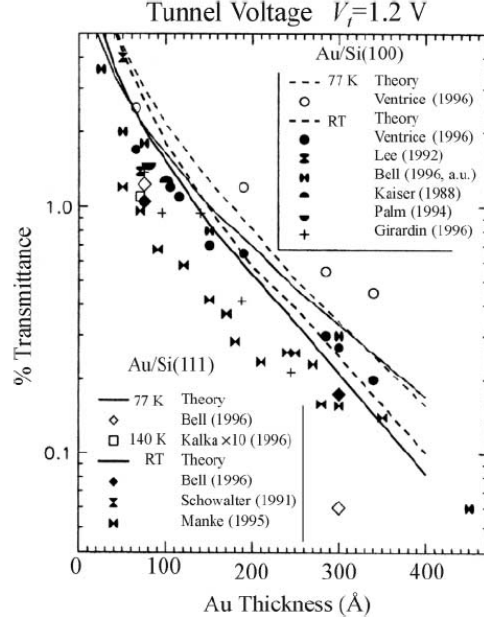


FIG. 1.22: *Compilation des courants BEEM relatifs (pour une tension tunnel de 1.2 V) en fonction de l'épaisseur d'or pour les échantillons Au/Si(100) et Au/Si(111) [9]. La pente moyenne correspond à  $\lambda(1.2 \text{ eV}) \approx 10 \text{ nm}$ .*

Une loi de la forme  $\lambda_I(E) = E / \left[ \Lambda (E - E_F)^2 \right]$  est ainsi mentionnée [9].

Dans un modèle avec conservation du moment transverse, et proche du seuil, tous les chocs, élastiques ou inélastiques, empêcheront la collecte du courant BEEM. On introduit alors une longueur d'atténuation des électrons chauds  $\lambda$ , comme la résultante de l'ensemble des processus de diffusion

$$\frac{1}{\lambda}(E) = \frac{1}{\lambda_e} + \frac{1}{\lambda_I}(E). \quad (1.52)$$

De manière générale, on peut introduire cette longueur d'atténuation dans l'analyse des expériences même si on n'en connaît pas toutes les origines, comme fait pour la première fois dans le modèle de Ludeke-Prietsch [8]. La Fig. 1.22 montre ainsi le rapport  $I_B/I_T$  en fonction de l'épaisseur d'or pour différents échantillons Au/Si, avec une variation effectivement exponentielle. Une valeur  $\lambda = 13 \text{ nm}$  pour une énergie de 1 eV dans l'or est aussi souvent citée [9]. Bell [26], dans l'analyse de ses résultats à 77 K et 300 K sur des échantillons Au/Si(111) minces et épais, arrive à  $\lambda_e = 40 \text{ nm}$  à 300 K, et  $\lambda_I = 1.5\lambda_{I0} [1 - (E - E_F)/3\text{eV}]$  avec  $\lambda_{I0} = 22 \text{ nm}$  la valeur à 1 eV. Noter

que cette dépendance en énergie est assez faible par rapport à celle citée plus haut.

De ce fait, nous ajusterons dans un premier temps les spectres expérimentaux par le quotient des relations (1.45) et (1.44), avec un simple facteur multiplicatif  $T$  constant en énergie et que nous appellerons transmission. Ce facteur regroupe l'effet de la transmission quantique (Sec. 1.4.2) et l'effet d'atténuation des électrons balistiques en fonction de l'épaisseur du métal que nous venons de discuter.

Signalons enfin que d'autres effets viennent encore compliquer cette analyse.

- Pour des épaisseurs faibles de la couche métallique, et dans le cas d'interfaces "parfaites" des réflexions multiples peuvent se produire dans la couche métallique. Ceci a été vu directement dans l'image BEEM du système épitaxial  $\text{CoSi}_2/\text{Si}(111)$  [27]. Les spectres BEEM montrent alors de très légères oscillations en énergie [28]. La différence de spectres entre Au fin (7.5 nm) et épais (30 nm) sur Si(111) a été aussi attribuée à des réflexions multiples dans Au fin [26].
- Aux fortes énergies, la création d'électrons secondaires dans le métal, assez chauds pour contribuer au courant BEEM, devient possible. Des spectres jusqu'à 8 eV enregistrés sur Au/Si montrent alors une nouvelle augmentation du courant avec l'énergie [21],  $I_B$  pouvant même dépasser  $I_T$ .
- Jusqu'ici nous avons traité les électrons dans le métal comme des électrons libres. Or, par exemple, la surface de Fermi de l'or n'est pas sphérique, mais montre des trous dans les directions  $\{111\}$ , et ce encore à quelques eV au dessus du niveau de Fermi. Plusieurs auteurs ont proposé d'expliquer ainsi la faible différence expérimentale entre les spectres mesurés sur Au/Si(100) et Au/Si(111) [29, 10]. En effet, la bande de conduction du silicium ne met en jeu que des vecteurs d'onde proches des directions  $\{100\}$  [20], ce qui fait que la transmission d'électrons à moment transverse nul est possible dès que l'énergie dépasse la hauteur de barrière Schottky pour Si(100), ce qui n'est pas le cas pour Si(111). De fait, à l'heure actuelle, cette explication par la structure de bandes est en compétition avec une autre, basée sur une diffusion élastique des électrons chauds à l'interface [30, 9].

## 1.5.2 Cas magnétique

### GMR, modèle à deux courants

Sous l'application d'un champ magnétique, la résistance d'un métal ou alliage ferromagnétique (Co ou NiFe par exemple) est modifiée. La variation est généralement positive loin de la température de Curie et résulte de la force de Lorentz créée par le champ sur les électrons de conduction. Il existe aussi une magnétorésistance anisotrope (AMR) qui varie avec l'angle entre le courant et la direction de l'aimantation du matériaux. Cet effet peut servir dans des capteurs de champ magnétique et notamment pour des têtes de lecture de disques durs. Cependant, la forte augmentation de densité de stockage que les supports d'enregistrement informatique ont connue ces dernières années demande une plus grande sensibilité de lecture magnétique que celle de l'AMR. Une nouvelle forme de magnétorésistance, appelée géante (GMR), a vu le jour à la fin des années 1980 et s'intègre depuis dans ces dispositifs.

En 1988, il a été découvert que l'application d'un champ magnétique sur un système de multi-couches (Fe/Cr) réduit fortement sa résistivité. Cet effet est montré sur la figure historique 1.23 où est reportée la magnétorésistance de trois super-réseaux (Fe/Cr) différents à 4.2 K [31]. A mesure que l'épaisseur des couches de Cr augmente, la résistance diminue ainsi que la valeur du champ de saturation car le couplage antiferromagnétique entre couches de Fe s'affaiblit.

L'interprétation de ces résultats fait appel au modèle dit "à 2 courants" de Mott initialement (1936), et fortement développé par les travaux de Albert Fert et collaborateurs [32].

L'idée de base est très simple : dans un métal ferromagnétique où  $\uparrow$  dénote l'état de spin des électrons majoritaires, les résistivités  $\rho$  sont différentes pour les électrons de spin  $\uparrow$  et  $\downarrow$ . On a généralement  $\rho_{\downarrow} > \rho_{\uparrow}$ .

La formule de Drude nous indique en effet que

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = \frac{ne^2\tau}{m^*} \quad (1.53)$$

où  $n$  est la densité de porteurs,  $\tau$  le temps moyen entre collisions et  $m^*$  la masse effective de ces porteurs.

L'effet dominant pour la dépendance en spin de  $\rho$  est celui venant du temps de collision  $\tau$  [32]. Ce temps est donné par la règle d'or de Fermi

$$\frac{1}{\tau} = \frac{2\pi}{\hbar} |V|^2 \delta(E_f - E_i) N_f \quad (1.54)$$

où  $V$  est le potentiel de diffusion et  $N_f$  la densité d'états finaux.



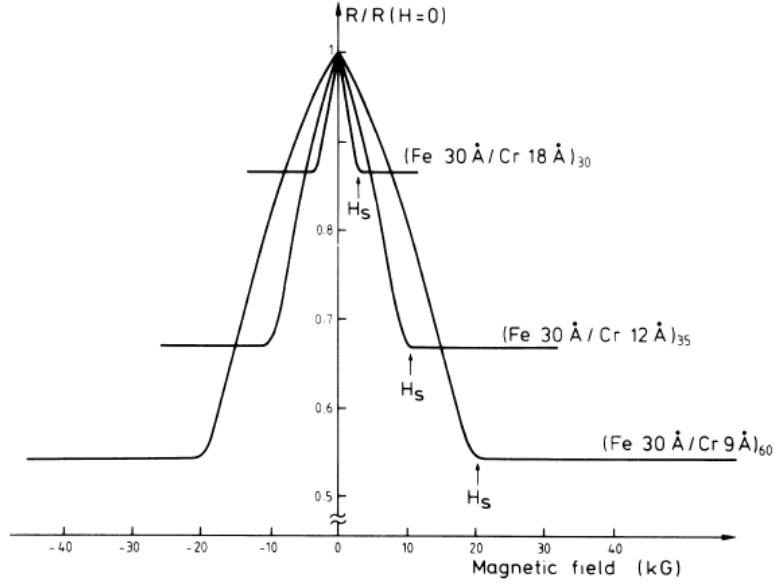


FIG. 1.23: Magnétorésistance de trois super-réseaux (Fe/Cr) à 4.2 K [31].

Comme les spins majoritaires ont plus d'états occupés par définition, pour des métaux ayant une bande plus qu'à demi pleine (ce qui est le cas des ferromagnétiques de transition de la série 3d) on en déduit qu'il reste plus d'états disponibles pour les électrons de spin minoritaire. Donc  $\rho_{\downarrow} \propto \frac{1}{\tau_{\downarrow}} \propto N_{f\downarrow} > \rho_{\uparrow}$ .

L'effet de magnéto-résistance géante est directement relié au rapport d'asymétrie de spin

$$\alpha = \rho_{\downarrow} / \rho_{\uparrow} \quad (1.55)$$

En effet, pour un courant traversant les couches perpendiculairement (GMR en géométrie dite CPP), on peut faire un calcul simple en sommant en série les résistances de chaque canal de spin. Dans le cas (P) où les couches sont d'aimantation parallèles on a

$$\frac{1}{\rho_P} = \frac{1}{\rho_{\uparrow}} + \frac{1}{\rho_{\downarrow}} \quad (1.56)$$

alors que dans le cas antiparallèle on a

$$\frac{1}{\rho_{AP}} = \frac{2}{\rho_m} \quad (1.57)$$

où  $\rho_m$  est la résistance moyenne (c'est aussi celle du métal non polarisé)  $\rho_m = (\rho_\uparrow + \rho_\downarrow)/2$ . Il vient alors immédiatement

$$\frac{\rho_{AP}}{\rho_P} = \frac{(1 + \alpha)^2}{4\alpha} > 1 \quad (1.58)$$

Un rapport  $\rho_{AP}/\rho_P = 2$  correspond ainsi à  $\alpha \approx 6$ .

### Transistor à vanne de spin et dérivés

La technique développée au cours de cette thèse est une microscopie magnétique à électrons chauds qui utilise l'injection locale d'une pointe de STM pour sonder les propriétés électroniques d'un empilement de fines couches métalliques. Une autre technique utilisée depuis plusieurs années pour étudier le transport d'électrons chauds dépendant du spin dans des matériaux magnétiques est le transistor à vanne de spin (TVS) [33] et son dérivé, le transistor tunnel magnétique (TTM) (voir pour une revue la référence [34]). Le TVS de Monsma de 1995 était composé d'un émetteur Schottky (nous l'appelons donc TVS-S), d'une base à vanne de spin et d'un collecteur Schottky. En 1997, Mizushima et coll. développe le premier transistor à vanne de spin avec un émetteur tunnel (TVS-T) [35]. La Fig. 1.24 montre le schéma en énergie d'un tel dispositif [36]. Dans cet exemple, l'émetteur (qui fait office d'injecteur d'électrons chauds) est une couche d' Au/Al. Les électrons émis par cette dernière passent par effet tunnel au travers d'une barrière d'AlO<sub>x</sub>. Ils traversent ensuite la base, une tricouche Fe/Au/Fe, dont ils sondent l'orientation relative des deux couches magnétiques. Enfin ces électrons sont filtrés en énergie par la barrière Schottky formée à l'interface base/collecteur et récupérés pour mesure par le substrat semiconducteur (ici du GaAs(001) dopé n). Ce dispositif est celui qui se rapproche le plus de la technique BEEM, dans laquelle l'émetteur est la pointe STM et la barrière tunnel est la barrière du vide.

Un transistor tunnel magnétique est composé d'une barrière tunnel séparant un émetteur magnétique et une base magnétique, le tout déposé sur un substrat semiconducteur (collecteur) [37]. Notons que Jansen nomme TTM le TVS-T de Mizushima, car il comporte une barrière tunnel.

Enfin, la différence physique essentielle entre les dispositifs à émetteur tunnel et Schottky est que dans le premier il est possible de changer l'énergie des électrons chauds (tout comme en BEEM), alors que dans le deuxième elle est fixée à la hauteur de la barrière Schottky.

Le même concept que la GMR, cette fois appliqué aux électrons chauds, nous indique que la transmission de ces électrons à travers une couche fer-

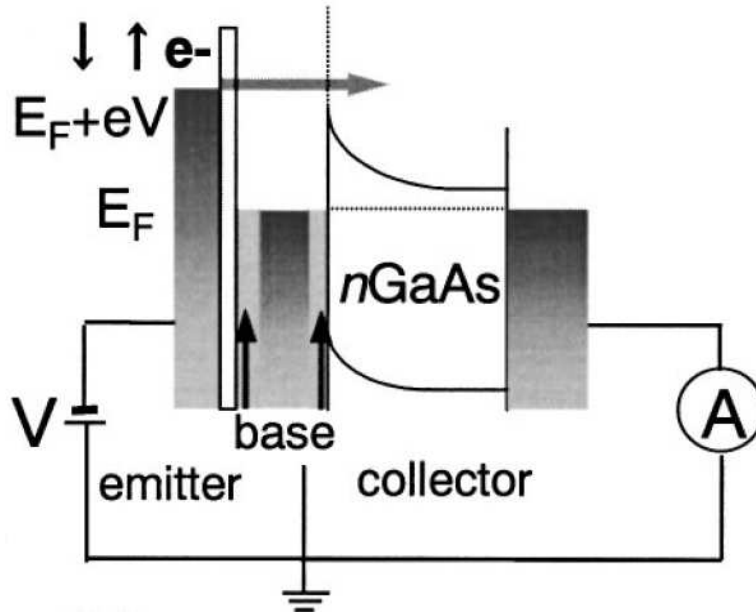


FIG. 1.24: Diagramme d'énergie d'un transistor à vanne de spin avec barrière tunnel (TVS-T). Celui-ci est composé d'un émetteur métallique, d'une barrière tunnel, d'une base constituée d'une tricouche magnétique (vanne de spin) et d'un collecteur semiconducteur (ici du GaAs dopé n)[36].

romagnétique dépendra du spin des électrons. Dans le modèle à 2 courants, on attend ainsi que, dans le cas usuel,  $\lambda_{\uparrow} > \lambda_{\downarrow}$ . On aura donc un courant balistique différent suivant que les 2 couches du transistor à vanne de spin sont parallèles ou antiparallèles.

En variant systématiquement les épaisseurs des couches magnétiques, des valeurs de  $\lambda_{\uparrow}$  et  $\lambda_{\downarrow}$  ont été déterminées, en fonction de l'énergie d'injection des électrons chauds.

#### *Valeurs des longueurs d'atténuation dépendant du spin*

Des valeurs de ces libres parcours moyen dépendants du spin ont été déduites par Rippard de ses expériences de BEMM [38]. Les transistors à électrons chauds ont aussi permis de mesurer ces grandeurs, dans une gamme d'énergie plus faible toutefois [37, 39].

Enfin, signalons la technique directe développée par Georges Lampel et son équipe à l'École polytechnique, basée sur la transmission d'un faisceau d'électrons polarisés à travers une couche ultramince, en environnement ultravide [40]. Les énergies primaires sont ici plus élevées (en tous cas au des-

réf.	technique	E (eV)	T(K)	Fe	Co	Ni <sub>81</sub> Fe <sub>19</sub>	Co <sub>84</sub> Fe <sub>16</sub>
[41]	trans.	≈ 15	300	0.7	0.9		
				0.5	0.7		
[40]	trans.	≈ 10	300		1.2		
					0.9		
[42]	trans.	0.8	300	2.0			
				1.1			
[38]	BEEM	1.0-2.0	300		2.3-2.0		
					0.7-0.8		
[37]	TTM	1.0-1.8	77			8-6	6-5
						1.2-1.3	0.9
[39]	TVS	0.9	100			4.3	
						1.0	
[43]	BEEM	1.5	300		6.0		
					1.3		

TAB. 1.1: Longueurs d'atténuation des électrons chauds dépendantes du spin déterminées par différentes techniques pour les principaux matériaux magnétiques, classées historiquement. Dans chaque cas, la première ligne indique  $\lambda_{\uparrow}$  (nm) et la suivante  $\lambda_{\downarrow}$  (nm). Pour des mesures sur une gamme d'énergies (au dessus du niveau de Fermi), on donne en premier la valeur mesurée à l'énergie la plus faible, afin d'indiquer la tendance de la dépendance en énergie.

sus du niveau du vide). Dans le cas de la transmission directe pour ressortir dans le vide, la mesure est alors faite à ces hautes énergies (5-15 eV). Par contre, dans le cas de la détection au moyen d'une barrière Schottky du courant transmis, l'analyse du transport fait intervenir la population d'électrons juste au dessus de la barrière Schottky, donc à une énergie bien plus faible.

Le Tableau 1.1 rassemble des valeurs extraites de la littérature. Ces valeurs permettent d'estimer l'épaisseur typique des couches magnétiques bien adaptées au BEEM. Noter que, pour le cobalt par exemple, les valeurs reportées peuvent être assez différentes les unes des autres.

## Chapitre 2

# Dispositif expérimental - Techniques mises en oeuvre

### 2.1 Microscope et enceinte ultra-vide

Pour ce travail, j'ai utilisé un STM fonctionnant sous ultra-vide et à température ambiante. Le dispositif comporte deux chambres ultra-vide. La chambre 1 est celle du microscope où s'effectuent les mesures STM et BEEM. Il est possible d'y entreposer des échantillons et des pointes ce qui nous permet de ne pas modifier les conditions de vide lors du changement de pointe ou d'étudier un petit nombre d'échantillons différents dans un laps de temps assez court. La chambre 2 est une chambre de préparation d'échantillons munie d'une canne-four pour les transferts et le chauffage éventuel, d'un canon à bombardement ionique pour le nettoyage de surface et d'un tri-évaporateur à bombardement électronique. Ce dernier offre la possibilité de déposer sous ultra-vide ( $\sim 2.10^{-10}$  mbar) trois matériaux différents (par exemple Au, Co et Cu) simultanément ou séparément, et cela à des vitesses de dépôt très lentes ( $0.3 \text{ \AA}/\text{min}$ ) et contrôlées. On voit sur la figure 2.1 un cliché de l'ensemble du bâti ultra-vide.

#### 2.1.1 Microscope STM/BEEM

##### STM

Le microscope est un STM commercial STM-1 fabriqué par la société Omicron. Il est fixé dans une enceinte ultra-vide (pressions de l'ordre de  $10^{-10}$  mbar) et fonctionne à température ambiante. Nous décrivons ici brièvement ses composants essentiels. Comme nous l'avons vu au chapitre 1,



FIG. 2.1: Vue globale de l'enceinte ultra-vide du STM. Au premier plan on aperçoit la chambre 1 (STM) avec le système de visée pour engager la pointe dans la zone de l'échantillon à étudier (fenêtre BEEM).

on peut distinguer trois éléments clés du bon fonctionnement d'un STM. La capacité à mesurer des courants très petits (quelques picoampères) qui est donnée par l'utilisation d'une électronique performante. La possibilité de contrôler le déplacement extrêmement fin de la pointe et ceci à l'aide de nanomanipulateurs piézoélectriques. Et enfin, si l'on veut obtenir la résolution atomique, le moyen de réduire au maximum les vibrations mécaniques subies par le microscope dans son environnement. Ce dernier point constitue le système d'isolation des vibrations, décrit plus loin.

La figure 2.2 est une photographie du microscope vu de dessus. Le composant cylindrique sur la gauche de l'image est l'amplificateur de courant du circuit STM, la pièce cubique au centre ainsi que les trois tubes est le tripode piézoélectrique. Sur ce support on aperçoit la pointe puis en face de la pointe, à droite, la plaque Omicron sur laquelle est fixé l'échantillon. On peut aussi voir la moitié de l'amplificateur BEEM tout en haut de l'image à droite. Sur la figure 2.3, qui est une photographie de face de l'échantillon en position sur le microscope (ici un échantillon Au/mica), on peut aussi voir les ailettes du système anti-vibrations, le préampli STM et le support de pointe placé sur le cube du tripode.

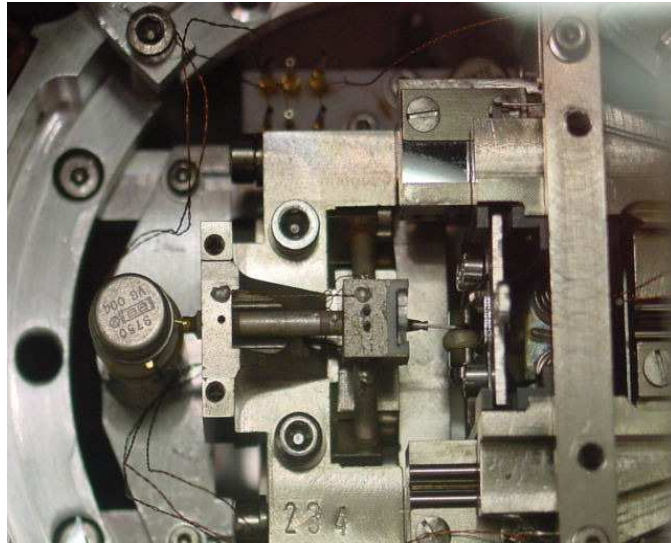


FIG. 2.2: *Eléments importants du microscope. On aperçoit les deux amplificateurs de courant STM et BEEM ainsi que le tripode piézoélectrique tenant la pointe, en face de l'échantillon.*

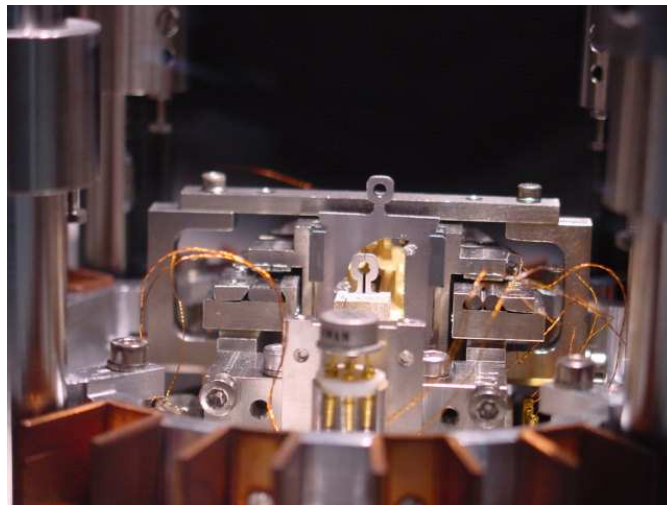


FIG. 2.3: *Vue de face de l'emplacement de l'échantillon sur le microscope (ici un échantillon d'or sur mica). Au premier plan on aperçoit les ailettes du système d'amortissement de vibrations, ensuite le préampli tunnel et plus loin, le cube du dispositif piézoélectrique avec le support de pointe ainsi que l'échantillon d'Au/mica.*

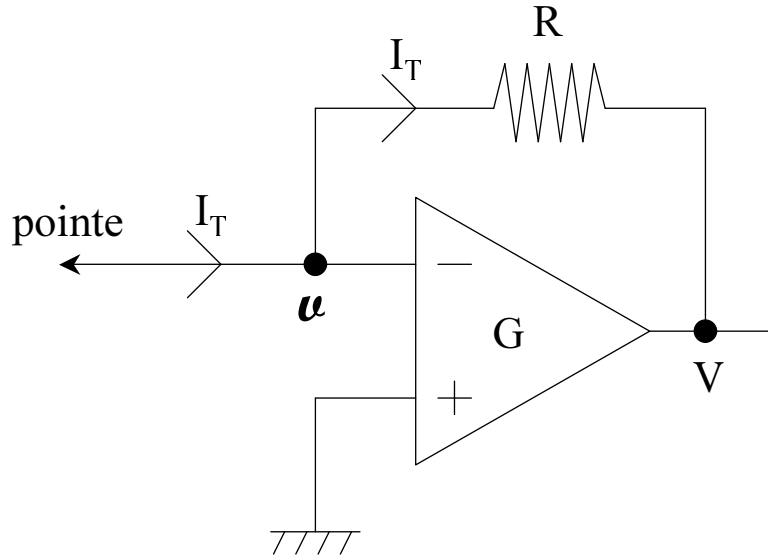


FIG. 2.4: Schéma électrique du préampli STM. L'amplificateur opérationnel a ici un gain  $G$  fini et une résistance d'entrée infinie.

### Préampli STM

C'est un convertisseur courant-tension placé très près de l'échantillon (2 cm) dans la chambre de mesure ultra-vide, ceci afin de réduire au maximum le bruit électrique mesuré. Son gain est de  $10^8$  V/A, comme nous allons l'expliquer. Sur la figure 2.4 est représenté le schéma électrique de ce préampli. C'est un montage inverseur à amplificateur opérationnel (Burr-Brown OPA602) avec une résistance de bouclage  $R = 100$  M $\Omega$ . Le signal tunnel est à la borne (-) de l'amplificateur opérationnel (AO) et la borne (+) est reliée à la masse. Ceci assure que la pointe est, à la tension d'entrée de l'AO près, toujours à la masse.

Ecrivons l'équation qui relie la tension mesurée en sortie du préampli ( $V$ ), au courant tunnel provenant de la pointe ( $I_T$ ) :

$$V = v - RI_T \quad (2.1)$$

La tension  $v$  de la pointe est une inconnue à déterminer fonction de  $I_T$ . En effet, la pointe n'est reliée à la masse que par l'entrée de l'AO. D'autre part, on écrit

$$V = G(v_0 - v) \quad (2.2)$$

avec  $G$  le gain et  $v_0$  la tension de décalage (ou d'offset) en entrée de l'AO. Ceci correspond à un AO non idéal de deux manières seulement : gain fini



et présence d'une tension de décalage en entrée (on ne considère pas pour l'instant d'impédance d'entrée finie). En éliminant  $v$  entre (2.1) et (2.2), il vient

$$V = \frac{G}{1+G}(v_0 - RI_T). \quad (2.3)$$

Le montage de la figure 2.4 représente bien un convertisseur courant-tension. Le signal mesuré est, avec  $G$  suffisamment grand ( $10^5$  ici) et  $v_0$  petite, proportionnel au courant tunnel. Avec une bonne approximation, on peut écrire

$$V = -RI_T. \quad (2.4)$$

Le coefficient de conversion est de  $10^8$  V/A correspondant à la valeur de la résistance de bouclage  $R$  (100 M $\Omega$ ).

La tension inconnue  $v$  vaut

$$v = \frac{G}{1+G}v_0 + \frac{1}{1+G}RI_T. \quad (2.5)$$

Comme  $G$  est très grand, on constate que la pointe sera en fait portée au potentiel  $v_0$  (de l'ordre du mV). De plus ce potentiel variera peu en fonction du courant tunnel (avec  $G = 10^5$ ,  $R = 100$  M $\Omega$ ,  $I_T = 1$  nA, on obtient  $\Delta v = 1$   $\mu$ V). Dans le signal de sortie  $V$  (équation (2.3)), on retrouve la tension de décalage et le courant tunnel converti en tension par la résistance  $R$ . A  $I_T = 0$ , la mesure de  $V$  donne ainsi la tension de décalage  $v_0$ . Pour notre microscope, on mesure  $v_0 = 3.5$  mV.

Traitons maintenant le cas d'un AO similaire qui aurait en plus une impédance d'entrée finie. Le nouveau schéma électrique est celui décrit sur la figure 2.5. Appelons  $R_e$  cette résistance. Dans la documentation de l'AO 602,  $R_e = 10^{13}$   $\Omega$ . A-t-elle une influence sur la mesure du signal tunnel? Ecrivons de nouveau la relation liant les tensions et courants dans ce circuit :

$$v - V = R(I_T - i) \quad (2.6)$$

et

$$v = R_e i. \quad (2.7)$$

De plus, on a toujours  $V = G(v_0 - v)$ . On obtient facilement

$$V = \frac{G(R_e + R)}{(1+G)R_e + R}v_0 - \frac{GR_e R}{(1+G)R_e + R}I_T \quad (2.8)$$

Au vu de la valeur de  $R_e$ , il apparaît qu'il n'y aura aucun effet de cette résistance d'entrée sur le signal mesuré.

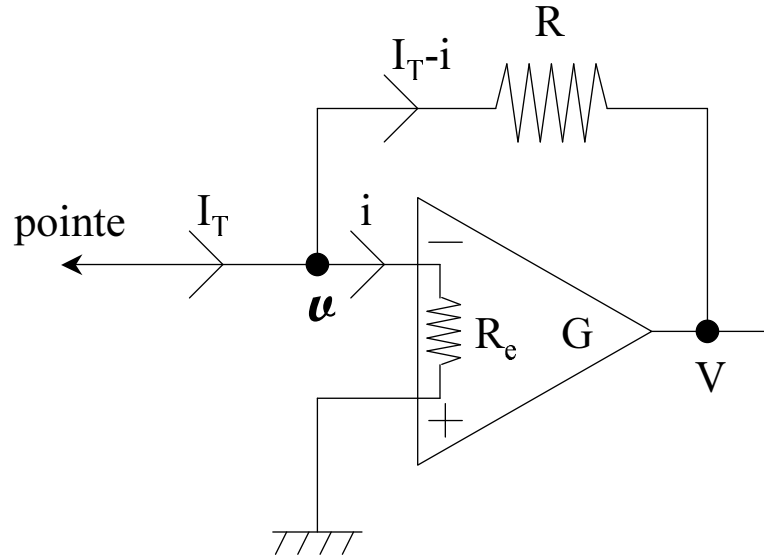


FIG. 2.5: Schéma électrique du préampli STM avec une résistance d'entrée de l'AO finie.

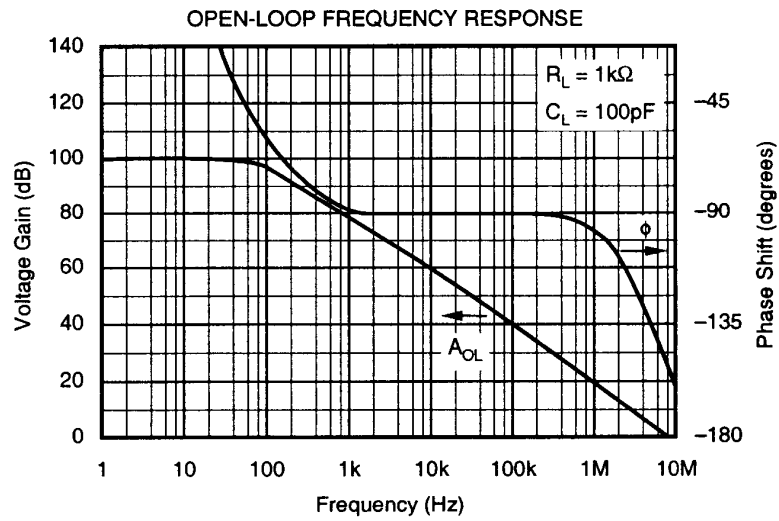


FIG. 2.6: Gain et phase en boucle ouverte de l'AO 602 en fonction de la fréquence de fonctionnement. [documentation Burr-Brown]

Sur la figure 2.6 sont représentées les réponses en fréquence du gain et de la phase de l'AO du STM, dans le régime de boucle ouverte. Le gain est passe-bas avec une fréquence de coupure à  $-3$  dB de 100 Hz. Lors des mesures STM, la vitesse de balayage étant d'environ une ligne/seconde (aller-retour), et une ligne comportant 400 points de mesures, la fréquence d'échantillonnage est de  $\sim 1$  kHz. A basse fréquence, le gain de l'AO est de 100 dB d'où  $G = 10^5$  ( $G_{\text{dB}} = 20\log(G)$ ). A 1kHz,  $G_{\text{dB}} = 80$  dB, c'est-à-dire  $G = 10^4$ . Ce qui est encore suffisant pour considérer l'équation  $V = -RI_T$  comme valable.

### *Tripode piézoélectrique*

La pointe STM est actionnée par un système piézoélectrique composé de trois tubes contrôlant chacun la translation dans une des trois directions de l'espace. Les éléments piézoélectriques constituent une pièce maîtresse du microscope car ils agissent comme des nanomanipulateurs, indispensables pour obtenir la sensibilité voulue lors du déplacement de la pointe. Chaque tube est un piézo PZT (une céramique titanate zirconate de plomb) dont on utilise le mode de dilatation/contraction dans la direction d'application du champ électrique (mode longitudinal). La figure 2.7 illustre ce mode de déformation. Lorsqu'on applique une différence de potentiel aux bornes d'une telle céramique, il se produit une déformation mécanique du matériau liée à une déformation de la maille élémentaire. La figure 2.8 montre une maille élémentaire d'une céramique PZT au dessus de la température de Curie, où elle est cubique symétrique, et en dessous de cette température, où elle est tétragonale et surtout polarisée et donc sensible à un champ électrique.

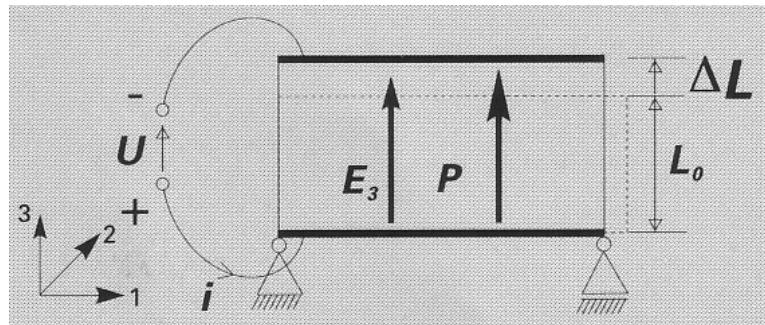


FIG. 2.7: Dessin d'un tube PZT et de son mode longitudinal où la déformation mécanique se fait dans la direction d'application du champ électrique. [documentation Physik Instrumente]

Les coefficients typiques d'élongation des PZT valent  $d_{33} = 0.4$  nm/V et  $d_{31} = -0.2$  nm/V. Cette notation n'est pas surprenante puisque, pour

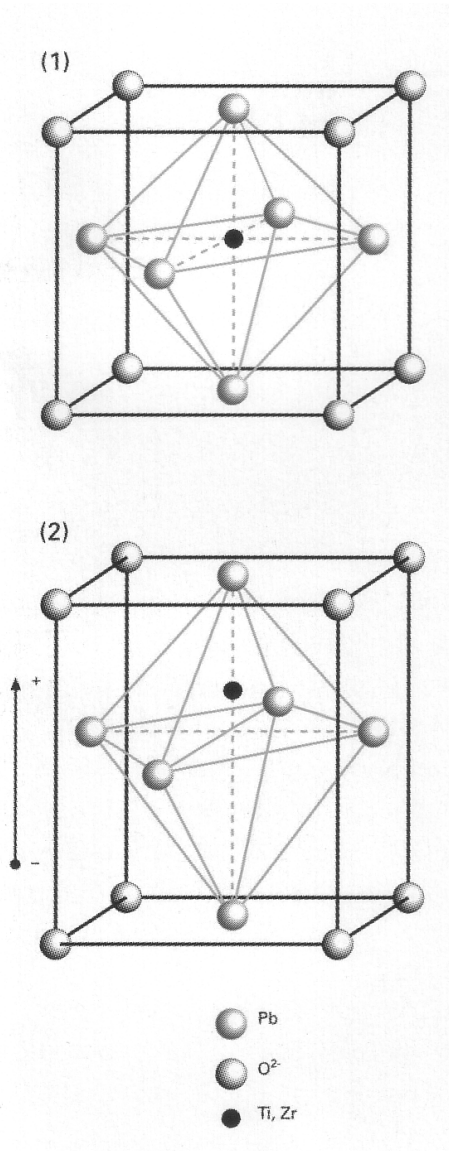


FIG. 2.8: Maille élémentaire d'un cristal PZT. 1) La maille est dans un état cubique symétrique au dessus de la température de Curie. 2) La maille est déformée en une maille tétragonale en dessous de la température de Curie. [documentation Physik Instrumente]

l'allongement le long du champ électrique  $E_3$  appliqué dans la direction de polarisation 3 on a (Fig. 2.7)

$$\frac{\Delta L}{L_0} = d_{33}E_3 = d_{33}\frac{U}{L_0} \quad (2.9)$$

et donc  $\Delta L = d_{33}U$ . Le coefficient  $d_{31}$  correspond quant à lui à une contraction de l'échantillon selon un axe transverse à l'axe polaire 3. Les ordres de grandeur de ces coefficients montrent que les piézoélectriques sont très bien adaptés aux déplacements nécessaires dans un STM.

### *Système anti-vibrations*

Si l'on veut obtenir la résolution atomique avec un microscope à effet tunnel, il faut s'affranchir des vibrations produites par l'environnement [44]. En effet, pour une corrugation mesurée de  $0.1 \text{ \AA}$ , lors d'un balayage STM, le bruit engendré par des vibrations extérieures ne doit pas dépasser  $0.01 \text{ \AA}$ , soit un picomètre. Le système anti-vibrations du microscope consiste en

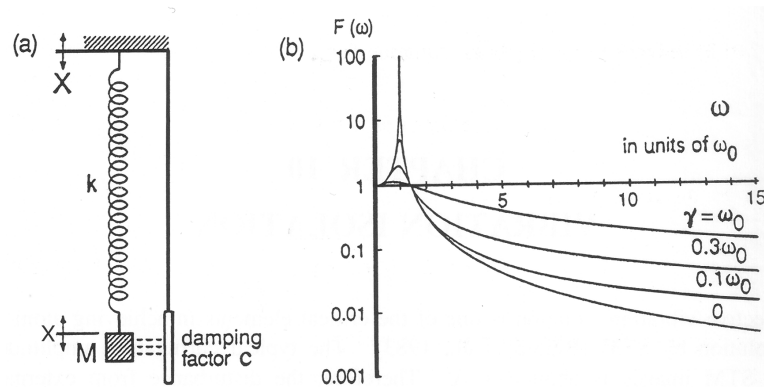


FIG. 2.9: *Système d'isolation des vibrations.*

une suspension de l'ensemble de l'appareil à l'aide de ressorts à spires non jointives et en un dispositif d'amortissement par courants de Foucault (voir une photo figure 2.3) : lors de vibrations, les ailettes de cuivre solidaires du microscope oscillent autour d'aimants et sont en conséquence soumises à des courants induits qui dissipent l'énergie de ce bruit mécanique. Le principe de cette méthode de réduction de vibration peut être représenté par le schéma de la figure 2.9. Le microscope (ici la masse M) est relié à l'enceinte solidaire du sol par un ressort de raideur k et par un amortissement visqueux à courants de Foucault. La courbe (b) montre la fonction de transfert qui est le rapport

de l'amplitude du déplacement du microscope  $x$  et de celle du bâti  $X$  par rapport au référentiel terrestre ( $X$  représente les vibrations de l'enceinte créées par les mouvements du bâtiment, des personnes marchant dans la pièce ou les vibrations acoustiques). Si on écrit les équations du mouvement de la masse  $M$  soumise à la force de rappel  $F_{\text{rappel}} = -k(x - X)$  du ressort de raideur  $k$  et à la force de frottement visqueux  $F_{\text{amortissement}} = -C(\dot{x} - \dot{X})$  de constante d'amortissement  $\gamma = C/2M$ , on obtient :

$$M\ddot{x} = -k(x - X) - C(\dot{x} - \dot{X}) \quad (2.10)$$

ou

$$M\ddot{x} + C\dot{x} + kx = C\dot{X} + kX. \quad (2.11)$$

En notation complexe,

$$\hat{x}(\omega) = \frac{k - iC\omega}{k - M\omega^2 - iC\omega} \hat{X}(\omega) \quad (2.12)$$

avec

$$F(\omega) = \frac{k - iC\omega}{k - M\omega^2 - iC\omega} \quad (2.13)$$

la fonction de réponse de ce système. Si l'excitation est un bruit "blanc" correspondant à toutes les vibrations parasites subies par l'enceinte, on prend le module de la fonction de réponse complexe pour trouver l'atténuation réelle de l'amplitude des déplacements du microscope par rapport à ceux du bâti :

$$|F(\omega)| = \sqrt{\frac{\omega_0^4 + 4\gamma^2\omega^2}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\gamma^2\omega^2}} \quad (2.14)$$

et si on pose  $f = \omega/\omega_0$  et  $\nu = \gamma/\omega_0$ , on a

$$|F(\omega)| = \sqrt{\frac{1 + 4\nu^2 f^2}{(1 + 2(2\nu^2 - 1)f^2 + f^4)}} \quad (2.15)$$

ce qui correspond aux courbes tracées sur la figure 2.9(b) pour différentes valeurs de l'amortissement.

## ***Pointes STM***

### *Fabrication*

Un des éléments essentiels de la microscopie à effet tunnel est la pointe (cf. Chap. 1). Les pointes utilisées pour ces expériences sont fabriquées par attaque chimique d'un fil de tungstène de 0.25 ou 0.38 mm de diamètre. Le

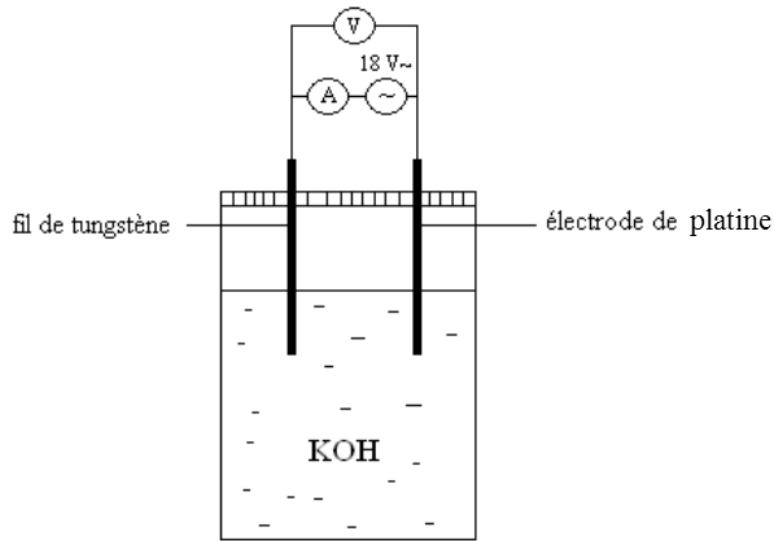


FIG. 2.10: Pile électrochimique tungstène/platine pour la fabrication des pointes STM.

montage consiste en une pile électrochimique composée d'une solution de KOH (à 0.1 mol/l) dans laquelle trempe une électrode de platine et le bout du fil de tungstène (figure 2.10). On applique une tension de 18 V alternative et l'on mesure le courant passant dans la pile. La réaction de dissolution du W se produit au niveau du ménisque selon l'équation suivante :



La figure 2.11 contient trois clichés de microscopie électronique à balayage (MEB), à différentes échelles, d'une pointe. L'attaque chimique permet d'obtenir une pointe plus ou moins affinée, en fonction des conditions exactes de manipulation. Sur le dernier cliché, on peut avoir une estimation du rayon de courbure de l'extrémité de la pointe. Celui-ci est d'environ 10 nm.

#### *Montage et manipulation*

Les pointes une fois préparées sont serties dans un support (Fig. 2.12) lequel vient s'encastrent dans une plaque porte-pointe qui possède les dimensions standard des plaques Omicron (Fig. 2.13). C'est ce support de pointe qui sera inséré dans le cube montré en figure 2.2.

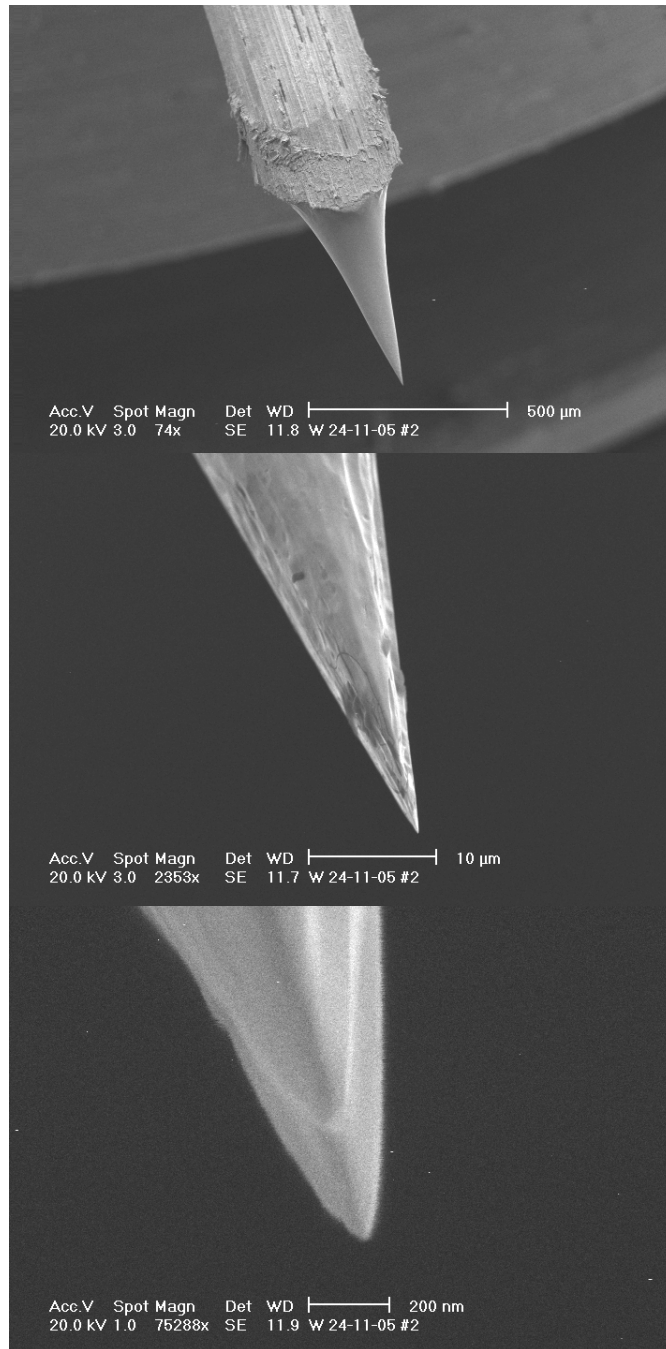


FIG. 2.11: Images MEB de l'extrémité d'une pointe STM.





FIG. 2.12: Photo d'une pointe STM sertie sur un support de pointe Omicron.

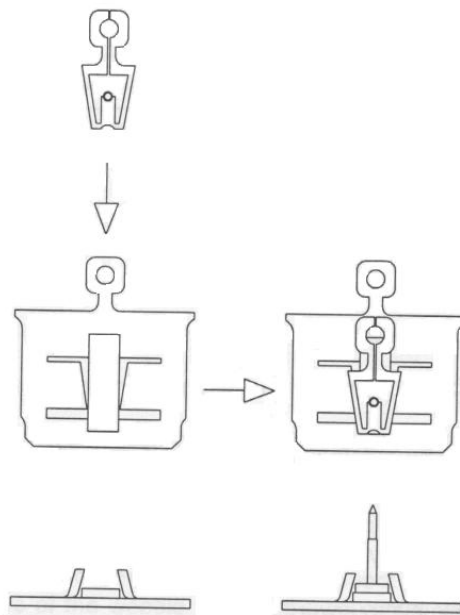


FIG. 2.13: Support de pointe que l'on place sur la plaque porte-pointe, aux dimensions de la plaque Omicron standard (documentation Omicron).

## Modification du microscope pour le BEEM

A l'acquisition du STM, des modifications étaient nécessaires pour pouvoir en faire un microscope BEEM. Comme vu précédemment, il est nécessaire d'avoir un troisième contact à l'arrière de l'échantillon pour mesurer le signal des électrons balistiques. Celui-ci consiste en un ressort inox ajouté au dispositif et qui vient toucher le contact ohmique arrière de l'échantillon lors de la mise en place de la plaque-support.

De plus, les expériences BEEM sont faites toutes lumières éteintes car les diodes Schottky sont photo-sensibles. Cela veut dire que l'on éteint aussi la jauge de pression qui émet une faible lumière dans la chambre et que l'on bouche les différents ports optiques.

### *Mesure de $I_{\text{BEEM}}$*

Le ressort est relié à un amplificateur de courant supplémentaire, lui aussi placé très près de l'échantillon dans la chambre de mesure. Il est connecté comme celui du STM (échantillon à la borne  $-$  de l'AO et la tension  $U_{\text{gap}}$  à la borne  $+$ ). Celui-ci fonctionne comme un électromètre et convertit un très petit courant (le courant BEEM, quelques pA) en une tension (signal  $V_{\text{ext}}$ ). Le gain de cet amplificateur est de  $9.10^7$  V/A. On mesure donc 90 mV pour un courant BEEM collecté de 1 nA. Pour réaliser les images BEEM, il est possible de le numériser ( $\pm 10$  V) tel quel, ou de l'amplifier 100 fois pour des courants BEEM très faibles.

Trouvons la relation liant  $V$ , mesuré en sortie de l'AO du BEEM, et le courant  $I_B$ . En d'autres termes, démontrons qu'il agit lui-aussi comme convertisseur courant-tension.

La figure 2.14 est un schéma du circuit électrique de l'amplificateur BEEM. Il ressemble à celui de l'ampli STM mais il faut maintenant prendre en compte les résistances présentes dans l'échantillon. Pour des raisons de simplification du calcul, la tension  $U_{\text{gap}}$ , à laquelle sont portés la face avant de l'échantillon et la borne  $+$  de l'AO, est prise comme étant la masse du circuit. Le courant  $I_B$  d'électrons balistiques est vu comme provenant d'une source de courant. Ce sont les électrons qui arrivent chauds dans le substrat et s'y thermalisent.  $R_0$  est la résistance à tension nulle de la diode Schottky et  $R_1$ , la résistance du contact ohmique, en face arrière du substrat. Du fait de ces deux résistances, le courant se partage. Appelons  $i$  le courant réellement mesuré en face arrière et  $I_B - i$  le courant retournant à la masse par la face avant. Les inconnues à déterminer sont  $u$ ,  $v$ ,  $i$  et  $I_B$  en fonction des résistances, du gain  $G$  et de la tension de sortie de l'AO.

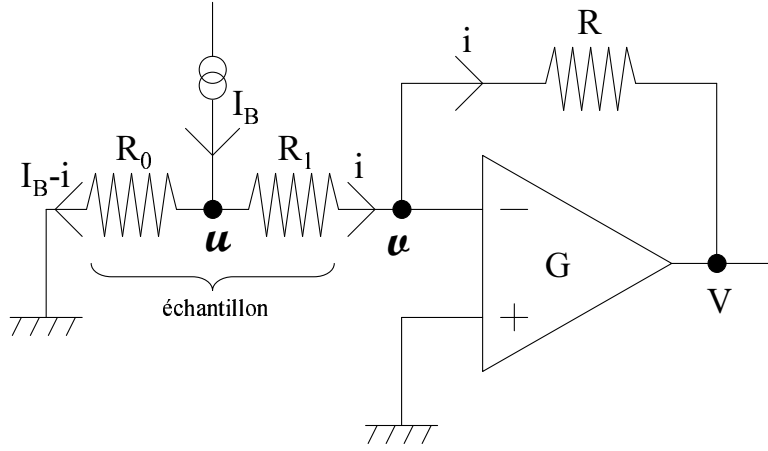


FIG. 2.14: Circuit électrique de l'amplificateur BEEM relié à l'échantillon.  $V$  est la tension mesurée en sortie de l'AO.  $R_0$  est la résistance à tension nulle de la diode Schottky et  $R_1$ , la résistance du contact ohmique en face arrière du substrat.

Ecrivons les équations reliant toutes ces variables :

$$u = R_0(I_B - i) \quad (2.17)$$

$$u - v = R_1 i \quad (2.18)$$

$$v - V = R i \quad (2.19)$$

Et toujours

$$V = G(v_0 - v) \quad (2.20)$$

En résolvant ces équations on obtient :

$$V = \frac{G(R_0 + R_1 + R)}{(1 + G)(R_0 + R_1) + R} v_0 - \frac{GR_0}{(1 + G)(R_0 + R_1) + R} R I_B \quad (2.21)$$

On remarque que cette équation est de la même forme que (2.8), avec la résistance  $R_e$  presque partout remplacée par la résistance de l'échantillon  $R_{ech} = R_0 + R_1$ . Cette relation possède une interprétation qui est capitale pour les mesures BEEM. En considérant les valeurs numériques des différentes résistances,  $R \approx 10^8 \Omega$ , et  $R_0 \approx 10^6 \Omega$  pour un bon échantillon BEEM, et sachant que  $G = 10^5$ , la relation (2.21) se simplifie comme

$$V = \left(1 + \frac{R}{R_0 + R_1}\right) v_0 - \frac{R_0}{R_0 + R_1} R I_B \quad (2.22)$$

Ainsi, en l'absence de courant tunnel (donc pour  $I_B = 0$ ) c'est-à-dire avec uniquement l'échantillon en place dans le STM et le contact en face arrière établi, et en considérant une résistance du contact ohmique très petite devant celle de la diode Schottky, le signal BEEM s'écrit

$$V \approx (1 + R/R_0) v_0 . \quad (2.23)$$

Il fournit donc une mesure in situ de la résistance  $R_0$ , qui peut être comparée (aux différences de température près) à la mesure macroscopique par courbes  $I(V)$ . Enfin, dans le cas où le contact en face arrière n'est pas établi ( $R_0$  infinie) ce signal reste à  $v_0$ , alors que lorsque le ressort BEEM touche la plaque Omicron elle-même on a  $R_0 = 0$  et l'AO sature à 7 V.

Dans le deuxième terme de (2.22) apparaît un coefficient de partage du courant  $R_0/(R_0 + R_1)$  devant  $RI_B$ . Si  $R_0 \gg R_1$ , ce qui est le cas pour un bon échantillon BEEM, ce coefficient vaut 1 et on a bien  $V \approx -RI_B$ . Sinon, on voit que le courant se partage entre les deux canaux.

### ***Bruit BEEM***

Au vu des très faibles courants mesurés dans la technique BEEM, le bruit doit être réduit au maximum. Le bruit thermique en tension ( $u$ ) aux bornes d'une résistance  $r$ , à une température  $T$  donnée (bruit Johnson) s'écrit :

$$\Delta u = \sqrt{4k_B T B r} \quad (2.24)$$

avec  $B$  la bande passante de mesure ( $B = f_{\max} - f_{\min}$ ) et  $k_B$ , la constante de Boltzmann.  $\Delta u$  étant la valeur efficace du signal.

Les résistances pouvant conduire à générer un bruit Johnson dans le dispositif expérimental sont les résistances de bouclage des amplificateurs opérationnels ainsi que la résistance de la diode Schottky elle-même.

Le signal mesuré par l'AO BEEM est un courant. Le bruit apparent sur le courant BEEM mesuré sera donc

$$\Delta I_{\text{BEEM}} = \Delta V / R \quad (2.25)$$

Il est alors intéressant de réécrire l'équation (2.24) en termes de bruit en courant. Ainsi, les fluctuations de courant aux bornes de la diode Schottky peuvent s'exprimer comme

$$\Delta I_{\text{ech}} = \sqrt{\frac{4k_B T B}{R_0}} \quad (2.26)$$

avec  $R_0$  la résistance à tension nulle de la diode. Il découle de cette relation que la résistance de la diode Schottky doit être la plus élevée possible. La

résistance de bouclage  $R$  apportera un bruit qui, ramené en termes de courant BEEM, sera donné par la même relation, avec  $R_0$  remplacée par  $R$  ( $\sim 10^8 \Omega$ ). Ce terme est donc plus petit que celui du bruit de l'échantillon (2.26).

Ainsi, pour une image BEEM prise dans les conditions usuelles (température ambiante, 1 Hz de fréquence de ligne, 400 points par trajet aller et retour), il convient de prendre  $B = 1$  kHz ce qui donne, pour une résistance d'échantillon  $R = 1$  M $\Omega$ , un bruit en courant sortant de l'échantillon de valeur typique  $I_J = 4$  pA. Cette valeur est non négligeable vis à vis des courants BEEM usuels. En mode spectroscopie par contre, où il est possible de passer jusqu'à 0.1 s par point de mesure, cette valeur tombe à 0.4 pA.

La réduction de ce bruit passe par une réduction de la température (2.26) ou une augmentation de la résistance de l'échantillon. Noter que l'effet direct de la réduction de température est quasi-négligeable, (passer à l'azote ne ramène la valeur en mode imagerie qu'à 2 pA, et l'hélium à 0.4 pA).

La seconde source de bruit, le bruit de grenaille, n'est pas importante en regard des valeurs précédentes. Il deviendra non négligeable aux faibles bruits Johnson toutefois, car il s'écrit

$$I_g^2 = 2e \langle I \rangle B. \quad (2.27)$$

Ainsi, pour un courant BEEM de 10 pA, ce courant de bruit typique vaudra 0.05 pA.

Nous avons vu, dans le chapitre 1 que, selon la théorie thermoïonique, la résistance à tension nulle d'une diode Schottky dépend de la température et de la surface de la diode. Nous ne disposons pas encore de moyen de refroidir le dispositif, nous avons donc joué sur les tailles des diodes pour améliorer les résistances des échantillons et ainsi tenter de diminuer le bruit lors des mesures BEEM.

### 2.1.2 Chambre de préparation d'échantillons

La deuxième chambre est couplée à la chambre de mesure par une vanne ultra-vide et on y maintient constamment une pression de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-10}$  mbar. Cette chambre est pompée en permanence par une pompe ionique et pour obtenir encore un meilleur vide (descendre sous les  $10^{-10}$  mbar), on peut pratiquer la sublimation de filaments de titane. Lors de cette dernière opération, les filaments contenant de nombreux polluants sont nettoyés et du titane très réactif est déposé sur les parois de la chambre de sublimation. Il capte alors une grande quantité de molécules de l'enceinte, abaissant la pression.

Après entrée d'un échantillon par le sas, on le place sur la canne de transfert. Cette dernière est munie d'un four. On effectue les bombardements ainsi que les évaporations sur l'échantillon en position sur la canne. Nous décrivons tout ce que comporte la chambre de préparation dans ce qui suit.

### **Entrée et transfert des échantillons**

Certaines précautions sont à prendre pour introduire et manipuler des échantillons sous ultra-vide. Nous décrivons ici les différents éléments qui facilitent le travail dans un tel environnement.

#### ***Sas***

Le sas d'entrée des échantillons et des pointes s'ouvre sur la chambre de préparation. On place les plaques-support sur une seconde canne pouvant coulisser et pénétrer dans la chambre 2 pour permettre les transferts sur la canne principale (canne de transfert). Le pompage du sas s'effectue à l'aide d'une pompe primaire à membrane (pas d'huile qui pourrait polluer le vide) avec laquelle on atteint environ  $10^{-4}$  mbar et d'un deuxième étage, une pompe turbomoléculaire, qui fait descendre la pression à  $10^{-9}$  mbar, vide limite de ce sas. Il est étuvé après chaque remise à l'air grâce aux cordons résistifs enroulés autour de l'enceinte.

#### ***Plaque-support d'échantillon/pointe***

Pour faciliter la manipulation sous ultra-vide et l'adaptation aux différents logements dans l'enceinte, les échantillons et les pointes sont tous montés sur un support standard, la plaque Omicron (Fig. 2.13). La prise des plaques se fait à l'aide de manipulateurs ultra-vide. Dans la chambre de préparation, nous utilisons un doigt qui permet de déplacer les supports en les maintenant par l'oeil de la tête. Il est possible de translater les objets de cette manière, mais pas de leur donner une orientation différente.

#### ***Canne de transfert - four***

La canne de transfert sert à translater les échantillons de la chambre de préparation à celle de mesure. Elle tourne aussi sur son axe et permet de mettre les échantillons en regard de l'évaporateur ou du bombardement ionique. Elle est munie d'un four résistif qui peut atteindre la température de  $900^{\circ}\text{C}$ . On peut ainsi chauffer l'échantillon tout en le bombardant ou lors d'un dépôt. Enfin, nous avons modifié la tête de la canne pour permettre de placer un masque mécanique devant l'échantillon lors des évaporations. Nous

définissons ainsi une tache d'évaporation (de diamètre 3 mm par exemple) centrée sur la zone sensible de balayage STM.

### **Bombardement ionique**

Le canon de bombardement (Omicron, ISE 10) fonctionne de la façon suivante : un gaz d'argon est ionisé et les ions  $\text{Ar}^+$  sont accélérés (0.3 à 5 keV) sur l'échantillon dont ils décagent la surface. L'avantage d'utiliser un gaz neutre est qu'il y a moins de risque de réaction chimique et de pollution par les ions bombardés. Cette méthode est aussi applicable pour le nettoyage des pointes STM. Un échantillon test de MgO est gardé en permanence dans l'enceinte. Le MgO scintille sous le faisceau d'ions et permet d'en visualiser la position et le diamètre.

### **Evaporateur et quartz**

Nous disposons d'un évaporateur à bombardement électronique (Focus GmbH, EFM 3T) composé de trois sources. Il est possible de ne faire fonctionner qu'une seule des sources ou toutes les sources simultanément. Les matériaux à évaporer se présentent sous la forme de barreaux (Fe, Co...) ou de charge à placer dans un creuset (Cu, Au...), ceci dépendant de la température de fusion et donc du comportement sous bombardement du métal considéré. En particulier, nous avons consacré beaucoup de temps à mettre au point une évaporation stable de l'or (solution retenue finalement : creuset de molybdène).

Dans chaque évaporateur, un filament parcouru par un courant ( $I_{\text{fil}} \sim 3 \text{ A}$ ) émet des électrons par thermoémission. On applique une différence de potentiel de  $U = 500 - 900 \text{ V}$  entre le filament et la cible (barreau ou creuset). La puissance transmise à la charge est calculée comme  $P = U \cdot I_{\text{em}}$  où  $I_{\text{em}}$  est le courant d'émission, mesuré entre le filament et la cible. Une partie des atomes évaporés s'ionise sous le bombardement électronique. Ces ions, récupérés sur une électrode métallique, créent un courant  $I_{\text{flux}}$  qui permet de surveiller en permanence l'évaporation. Toutes choses égales par ailleurs, ce flux est proportionnel au nombre d'atomes émis. La constante de proportionnalité est toutefois extrêmement dépendante du matériau.

C'est pourquoi nous avons installé in situ une mesure directe des épaisseurs évaporées au moyen d'une microbalance à quartz (Inficon, XTM/2). Toutefois, du fait de la différence d'emplacement entre l'échantillon et le quartz, un étalonnage des épaisseurs lues au quartz est nécessaire. Le quartz est situé plus loin des sources que la position de l'échantillon. Ceci nous

donne un facteur de l'ordre de 2 entre le dépôt mesuré au quartz et celui sur l'échantillon. Outre ce facteur géométrique, les taches d'évaporation issues des faisceaux peu divergents d'atomes évaporés ne couvrent que partiellement le quartz. Cette couverture dépendant des sources, ceci ajoute encore un autre facteur à celui purement géométrique. Pour décrire l'ensemble de ces phénomènes, nous avons calibré l'épaisseur des dépôts par mesures de marches en AFM. On obtient donc trois facteurs différents (appelés tooling factors, TF) pour les trois sources :

- source 1 (Co pour ce travail) :  $TF = 5$  ;
- source 2 (Cu pour ce travail) :  $TF = 7.3$  ;
- source 3 (Au pour ce travail) :  $TF = 5$ .

L'épaisseur déposée sur l'échantillon est estimée en multipliant l'épaisseur mesurée au quartz par le "tooling factor" de la source correspondante.

### **Contrôle global de l'expérience UHV**

L'ensemble des quantités mesurées (pressions, températures, courants, etc.) est recueilli sur un PC au moyen du logiciel Labview, qui permet d'interfacer facilement les différents instruments (GPIB, RS232), éventuellement via des convertisseurs A/N. Les tracés à l'écran des évolutions temporelles de ces paramètres sont en effet très importants pour comprendre ce qui se passe dans la chambre, alors que les constantes de temps sont parfois longues.

#### **2.1.3 Support d'échantillons pour microscopie BEEM**

Une plaque Omicron de hauteur supérieure à la valeur standard (19 au lieu de 15 mm) a été conçue et réalisée par découpe laser. Cette hauteur est ajustée pour que le centre de la tache d'évaporation coïncide avec la position de la pointe STM une fois la plaque en place dans le STM. Le lamage central profond de 0.6 mm est réalisé à la fraise (Fig. 2.15).

Il sert à loger une plaque céramique (Fig. 2.16) sur laquelle des motifs en or ont été déposés par sérigraphie, avec passage électrique au travers d'une surépaisseur de 0.4 mm permettant de faire affleurer ce contact en face arrière de la plaque Omicron.

Les 4 trous M1.6 servent à serrer par des vis des ressorts qui maintiennent la plaque céramique et/ou l'échantillon sur cette plaque. Le contact électrique de la face avant se fait par l'intermédiaire des ressorts directement, ou par thermocompression entre l'or épais de l'échantillon collé sur la plaque céramique et la partie dorée de cette dernière.



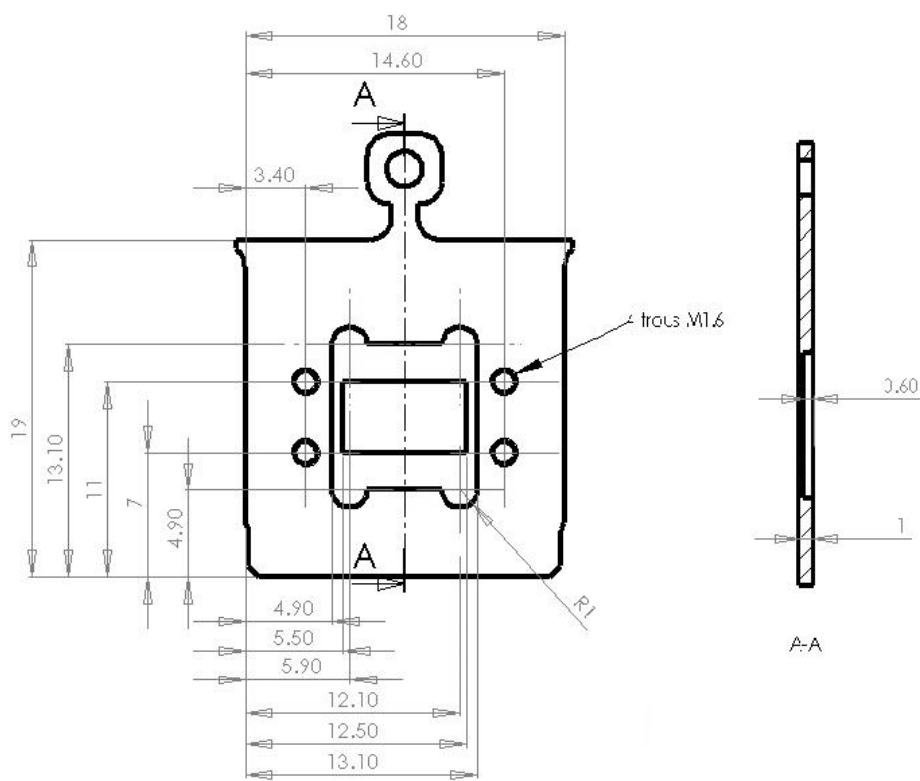


FIG. 2.15: Dessin coté de la plaque Omicron rallongée, avec fenêtre pour permettre la prise de contact en face arrière de l'échantillon au moyen de la plaque céramique montrée en figure 2.16.

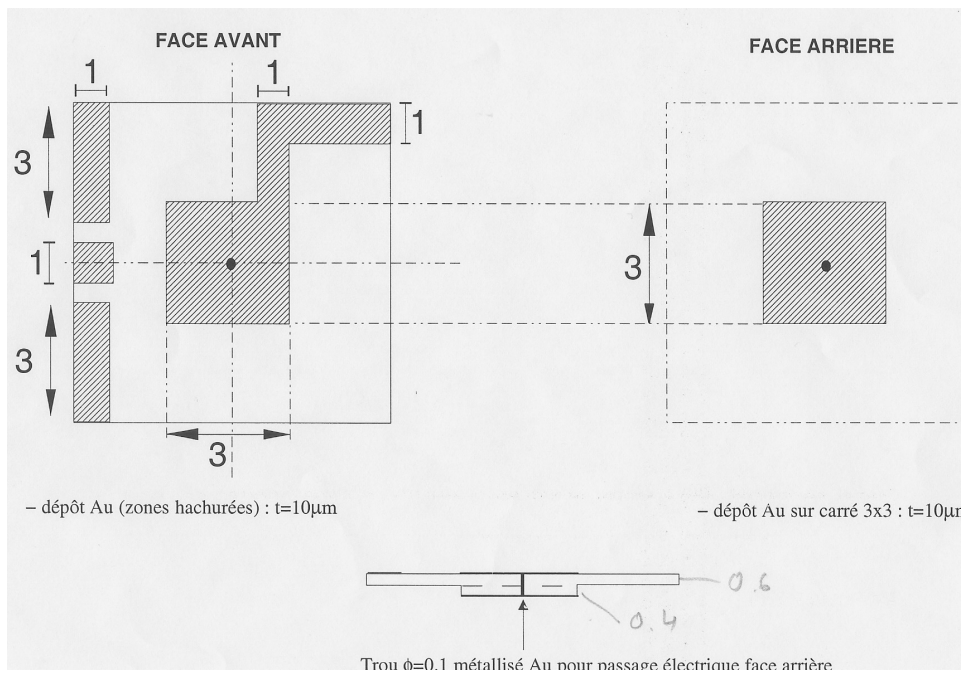


FIG. 2.16: Dessin coté de la plaque en céramique métallisée à l'or, qui permet de prendre des connexions sur les faces avant et arrière de l'échantillon, isolées de la plaque métallique Omicron dans laquelle elle vient se loger.

## 2.2 Préparation des échantillons

### 2.2.1 Microfabrication

Lors de l'élaboration des échantillons par voie technologique, nous avons bénéficié des outils de fabrication et de caractérisation des salles blanches du CEETAM (IEF Orsay) et, dans le cadre d'une collaboration avec l'équipe de Giancarlo Faini, de celles du LPN (Marcoussis).

#### Substrats

Pour ce travail, les échantillons ont été fabriqués à partir de wafers de silicium dopés  $n$  (au phosphore) et de résistivités et orientations diverses. Les résistivités choisies sont principalement 1-5  $\Omega$ .cm ainsi que 45  $\Omega$ .cm pour les essais de barrières Schottky. Les wafers sont orientés (111) et (100). La désorientation a été mesurée par STM à  $\sim 0.2^\circ$  (chapitre 3).

#### Nettoyage

Les wafers de silicium utilisés font un diamètre de deux pouces et sont polis simple face. Le nettoyage s'effectue selon le protocole chimique suivant :

- Enlèvement de l'oxyde natif dans une solution tampon de gravure NH<sub>4</sub>F-HF (7-1), 30 s
- Rinçage eau désionisée (DI) avec bullage azote (+N<sub>2</sub>), 3 min
- Dégraissage acide sulfurique chaud, 3 min
- Croissance couche d'oxyde dans l'acide nitrique, 1 min
- Rinçage eau DI +N<sub>2</sub>, 3 min
- Désoxydation NH<sub>4</sub>F-HF, 3 min
- Rinçage eau DI +N<sub>2</sub>, 3 min

On doit obtenir l'hydrophobie des deux faces du wafer à chaque désoxydation. Un support en téflon adapté aux wafers 2 pouces est employé pour cette manipulation.

#### Oxydation

Les échantillons nécessitent un oxyde épais (500 nm) que l'on fait croître sous atmosphère de dioxygène et de vapeur d'eau (oxyde humide). Cette méthode d'oxydation est la plus rapide et l'on obtient l'épaisseur voulue en 1h à 1050 °C. Un oxyde sec peut ensuite être préparé pour améliorer l'interface Si-SiO<sub>x</sub> au fond de la fenêtre (cf chapitre 3).

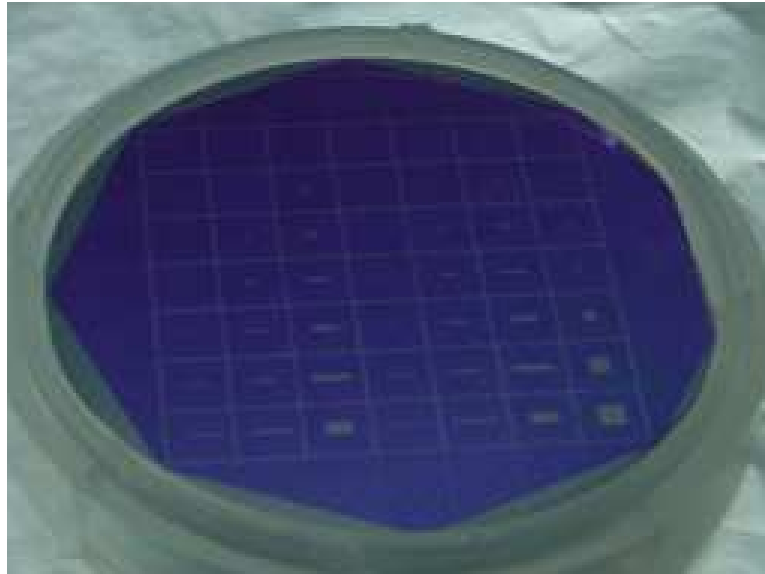


FIG. 2.17: Photo d'un wafer de Si après gravure des motifs lithographiés dans l'oxyde épais. Chaque carré est un échantillon avec, en son centre, la fenêtre d'étude.

### Lithographie

Le processus de lithographie que nous avons choisi est une lithographie optique car les plus petits motifs que nous avons eu à graver étaient de la taille de quelques microns. Des masques optiques comportant une série d'échantillons avec diverses tailles de fenêtres ont été utilisés.

### Gravure

Après enrésinement, photo-lithographie et développement de la résine, nous pouvons passer à l'étape de gravure de l'oxyde. Celui-ci ne se grave que sur la zone ouverte dans la résine. La gravure se fait à l'aide d'un mélange tamponné de  $\text{NH}_4\text{F}:\text{HF}$  (7 :1) spécialement conçu pour consommer l'oxyde de silicium à vitesse constante. En effet, la solution tampon permet d'avoir la même concentration en ions  $\text{H}_3\text{O}^+$  et donc la même vitesse de gravure tout au long de la réaction. La figure 2.17 montre un wafer BEEM après gravure de l'oxyde épais.

### 2.2.2 Contacts ohmiques

Un contact ohmique doit être obtenu en face arrière de l'échantillon afin de mesurer le courant balistique au niveau du préampli BEEM. Nous avons adopté plusieurs voie de fabrication de contacts ohmiques :

- une couche épaisse (500 nm) d'Au-Sb (0.1% en masse de Sb) est déposée par pulvérisation cathodique à l'arrière du wafer avant tout autre opération, et l'on chauffe ensuite afin d'atteindre la température d'eutectique et diffuser l'Au ainsi que le dopant Sb dans une certaine profondeur du wafer ;
- on place l'échantillon sur une goutte d'InGa juste avant l'entrée en ultra-vide. Noter que l'InGa finit par détériorer les contacts et les couches d'Au et par polluer l'enceinte.

Noter que l'on peut aussi envisager de créer un profil de dopage sur une épaisseur du wafer à l'aide d'une implantation d'ions, et ceci en contrôlant finement leur énergie.

## 2.3 Outils de caractérisation des échantillons

### 2.3.1 Mesures I(V) macroscopiques

Il est possible de caractériser les diodes Schottky à l'aide de mesures macroscopiques ex-situ. Notre dispositif expérimental est un banc I(V) quatre pointes micromanipulées Signatone S725. Les mesures se font à l'aide d'un multimètre de précision (Agilent, 3458A) et d'une source de courant/tension (Keithley, 2400), contrôlés par un programme Labview. Ce dernier effectue un balayage en courant, en réduisant le pas si la variation de tension entre deux points de mesure est trop élevée, afin de pouvoir bien suivre une courbe de type diode. Le banc de mesure est installé sur un marbre supporté par une suspension à air comprimé. Là aussi les mesures doivent être effectuées dans l'obscurité car les diodes sont photosensibles.

### 2.3.2 Nature des matériaux et rugosité de surface : caractérisations

#### Microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage est un outil très utile pour étudier la morphologie et la composition de surfaces depuis l'échelle macroscopique jusqu'à l'échelle nanométrique. Un faisceau d'électrons issus d'un filament chauffé par un fort courant, est formé par un élément extracteur

(Wehnelt). Un système de lentilles électromagnétiques le focalise ensuite sur l'échantillon. En balayant le faisceau et en mesurant pour chaque point de l'échantillon les électrons secondaires émis depuis la surface, on obtient des informations sur la topographie de celle-ci. La mesure sur une zone donnée des rayons X produits par l'échantillon donne la composition chimique du volume exploré par le faisceau primaire. Ces deux techniques sont complémentaires et sont abondamment utilisées en physique mais aussi notamment en géologie et dans l'industrie.

La figure 2.18 montre le profil de l'oxyde épais après attaque chimique, révélant des flancs doucement inclinés qui devraient favoriser la continuité électrique de la couche d'or fin. La photo (a) représente un canal de connexion débouchant dans une fenêtre. La photo (b) est un cliché MEB faisant bien apparaître les flancs inclinés de l'oxyde (image d'un canal de  $15\ \mu\text{m}$  de large).

### Microscope à force atomique

Nous avons utilisé un microscope à force atomique fonctionnant à l'ambiante (Multimode, Digital Instruments). Similaire au microscope à effet tunnel en ce qui concerne le déplacement de la pointe, ce microscope mesure la flexion d'un levier souple ( $5\ \text{N/m}$ ) muni d'une pointe en pyramide à son extrémité, afin de détecter le contact avec la surface. Dans notre cas, l'usage de ce microscope s'est limité à une mesure de la topographie des échantillons, jusqu'à une grande échelle (100 micromètres en latéral) et avec une bonne sensibilité en hauteur (mieux que  $1\ \text{\AA}$ ).

La figure 2.19 montre un profil topographique, effectué en mode contact perpendiculairement à l'axe d'un canal de connexion d'une fenêtre BEEM. Il apparaît que les flancs de silice du canal ont la pente qui convient pour assurer la continuité de la couche d'or sur les bords de la fenêtre. Cela nous donne aussi une vérification de la largeur du canal obtenu par lithographie optique (ici un canal de  $5\ \mu\text{m}$ ).

### 2.3.3 Caractérisations magnétiques

#### Kerr

Les mesures ont été effectuées dans l'équipe Optsol du laboratoire (Jacques Ferré) sur un banc permettant toutes les configurations de mesure Kerr (polaire, longitudinal), à température ambiante en ce qui nous concerne.

Cette technique repose sur la rotation du plan de polarisation de la lumière, ou sa variation d'ellipticité, lors de la réflexion sur une surface d'un

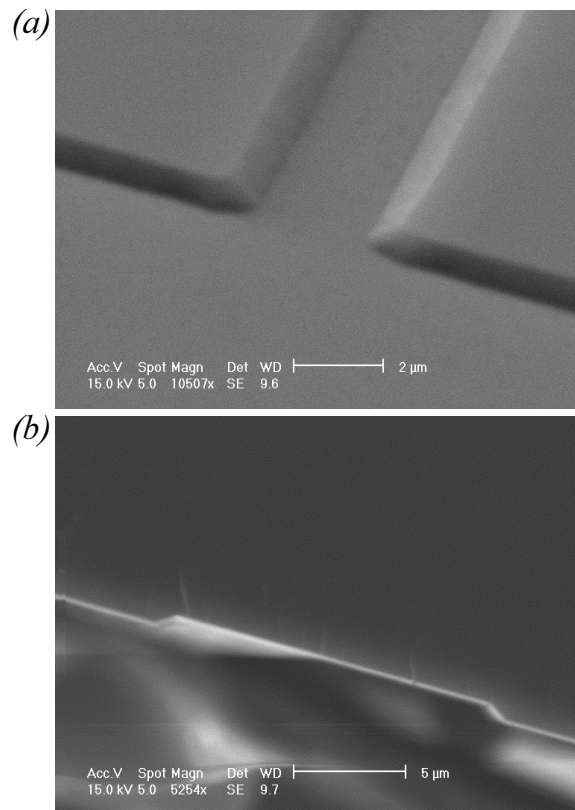


FIG. 2.18: Image de microscopie électronique à balayage d'un bord de fenêtre gravée dans l'oxyde épais. (a) Fenêtre et canal débouchant. (b) Cliché de coupe d'un canal de 15  $\mu$ m de largeur.

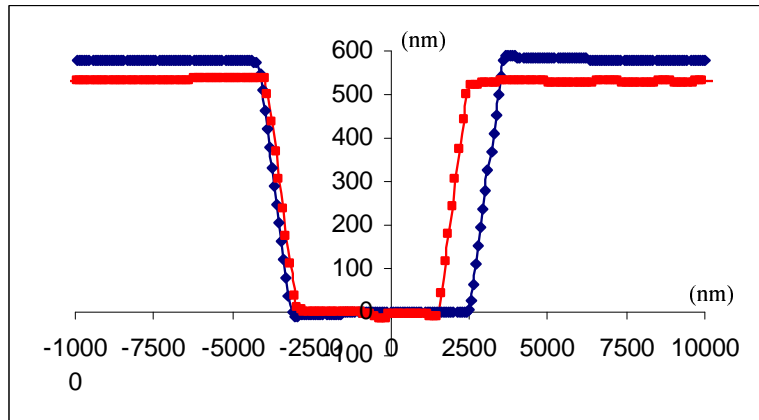


FIG. 2.19: Profil topographique en AFM mode contact d'un canal de connexion de  $5\ \mu\text{m}$  gravé dans la silice par lithographie optique.

échantillon magnétique. Le laser utilisé était vert ( $\lambda = 532\ \text{nm}$ ), et de taille  $\approx 1\ \text{mm}^2$ . Du fait de la faible épaisseur de l'ensemble des couches sondées, on peut considérer qu'il s'agit d'une mesure de l'aimantation intégrée dans l'épaisseur.

## SQUID

Cet appareil (Quantum Design, MPMS-5S) permet une mesure assez sensible du moment magnétique de l'échantillon (le produit de l'aimantation par le volume magnétique), à un facteur géométrique près. La température dans notre appareil peut être abaissée jusqu'à 4 K, et le champ magnétique peut atteindre 1 T.



## Chapitre 3

# Résultats expérimentaux et discussion

L'objectif de ce travail est la mise en place d'une microscopie magnétique à haute résolution à l'aide d'une technique dérivée de la microscopie à effet tunnel (STM). Les électrons injectés localement par la pointe d'un STM sont utilisés comme sonde pour explorer les propriétés électroniques de fines couches métalliques, dans leur épaisseur et non plus seulement à leur surface. Ces couches métalliques peuvent être non magnétiques, c'est l'objet de notre étude de microscopie à émission d'électrons balistiques (BEEM), ou contenir un empilement vanne de spin, dans le prolongement magnétique de la technique, la microscopie magnétique à électrons balistiques (BEMM). Dans un premier temps, nous décrivons la fabrication des échantillons non magnétiques et les résultats obtenus sur l'étude de jonctions Schottky Au/Si(111) et Au/GaAs(100). Nous relierons ici des mesures macroscopiques sur les diodes Schottky aux résultats BEEM obtenus avec le microscope. Enfin, nous présentons l'élaboration des échantillons magnétiques, leur caractérisation et nous discutons des résultats BEMM que l'on s'attend à pouvoir mesurer.

### Quelques résultats d'imagerie STM

Afin de s'assurer du bon fonctionnement du microscope, des études d'imagerie STM ont été faites sur la surface d'une couche d'or déposée sur un substrat de mica. Cet échantillon reste toujours dans l'enceinte du microscope, disponible notamment pour tester les pointes neuves. Les mesures sur cet échantillon cherchent à vérifier la capacité du microscope à atteindre la résolution atomique à température ambiante et dans les conditions de bruit mécanique (bâtiment) et de bruit électromagnétique qui caractérisent l'environ-

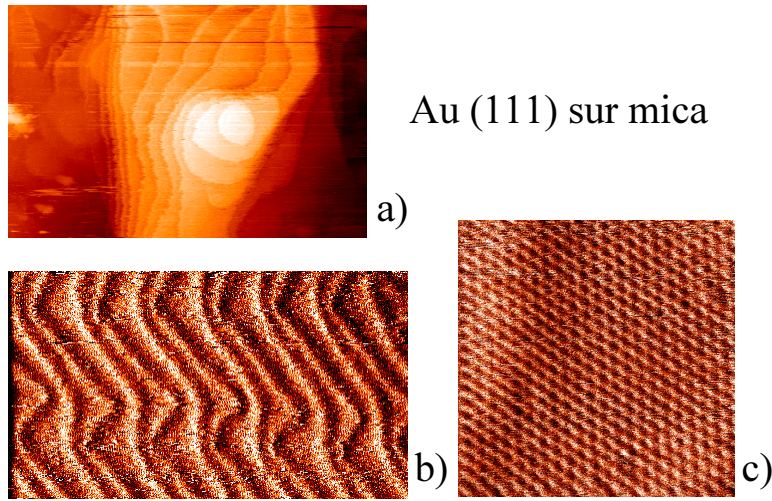


FIG. 3.1: Images STM a) topographique sur laquelle apparaissent les terrasses atomiques d'or ( $103 \times 67 \text{ nm}^2$ ; N-B : 6 nm) et d'erreur en courant permettant de voir b) la reconstruction en chevrons ( $40 \times 25 \text{ nm}^2$ ; N-B : 1.56-1.8 nA) et c) la corrugation atomique ( $5.5 \times 5.5 \text{ nm}^2$ ; N-B : 0.8-1.63 nA). Echantillon test Au/mica ayant subi plusieurs cycles recuit/bombardement *in situ*.

nement du dispositif. Ce résultat assure que l'on peut réaliser les expériences de microscopie avec un appareil ayant la sensibilité requise. La figure 3.1 est une série d'images STM, en modes topographique et d'erreur en courant (voir chapitre 1), prises sur la surface de l'échantillon test (Au(111)/mica). L'échantillon en question a subi plusieurs cycles recuit/bombardement après dépôt. Ceci fait apparaître, sous ultra-vide, des terrasses atomiques (image a), marches de 0.24 nm de hauteur) qui présentent, sur leur surface, la reconstruction  $22 \times \sqrt{3}$  bien connue dite en chevrons (image b)) [5]. L'image c) de la même figure présente la visualisation du réseau atomique hexagonal  $1 \times 1$  de la surface d'Au(111). Les résultats obtenus à partir de ces mesures test nous ont confirmé que la résolution atomique pouvait être atteinte à température ambiante sur une surface d'or, ce qui nous assure pour la suite de ne pas être limités en résolution lors des expériences BEEM.

### 3.1 Microscopie tunnel à électrons balistiques - Etude de jonctions Schottky

L'étude de diodes Schottky que nous avons entreprise a été faite sur deux types de structure d'échantillon. La structure or sur silicium (Au/Si-

n) et la structure or sur arséniure de gallium (Au/GaAs-n). Ces couples de matériaux ont été choisis parce qu'ils présentent tous les deux une barrière Schottky assez haute (0.80 eV et 0.90 eV respectivement) et que les substrats de silicium et de GaAs sont d'extrêmement bonne qualité cristallographique et de surface, ainsi que peu coûteux et déjà largement connus et utilisés aussi bien en recherche que dans l'industrie. Nous avons développé au laboratoire un savoir-faire quant à la fabrication des jonctions Au/Si. Les échantillons Au/GaAs sont jusqu'à présent préparés dans le cadre de collaborations avec d'autres laboratoires.

### 3.1.1 Echantillons Au/Si

Nous décrivons dans cette section les différentes étapes de la fabrication d'un échantillon Au/Si : la préparation des substrats, la croissance de la couche métallique et la mise en place des contacts. Deux voies ont été explorées pour définir une taille de diode suffisamment petite (voir chapitre 1) : la voie technologique et la voie mécanique.

- La voie technologique consiste à déterminer la taille de la diode par l'ouverture d'une fenêtre dans un oxyde épais que l'on a fait croître sur le substrat de silicium. Cette opération est menée par lithographie optique et gravure chimique.
- L'autre possibilité est de définir la diode par évaporation ultra-vide masquée (voie mécanique). Cette solution est celle retenue pour la fabrication de l'échantillon *D* par exemple, et sera expliquée plus loin.

#### A. Voie technologique

Commençons par la description de la méthode technologique. La figure 3.2 illustre schématiquement le dispositif expérimental adopté pour les échantillons Au/Si fabriqués par cette méthode au centre technologique universitaire du CEETAM (IEF Orsay) et au laboratoire. Afin d'obtenir la surface la plus propre possible et ainsi de bonnes conditions de balayage tunnel, il est préférable de terminer la fabrication par l'étape de dépôt ultra-vide de la diode Schottky. Dans ce cas, les plots de contact doivent être déposés auparavant. L'échantillon lithographié et gravé est donc débarrassé dans un premier temps de sa résine protectrice. Les plots de contact sont déposés par pulvérisation cathodique. On prépare ensuite la surface de silicium au fond de la fenêtre (voir page 74, Préparation de surface) et l'échantillon est entré le plus rapidement possible dans l'enceinte ultra-vide pour y effectuer la dernière étape d'évaporation de la fine couche métallique formant la diode.

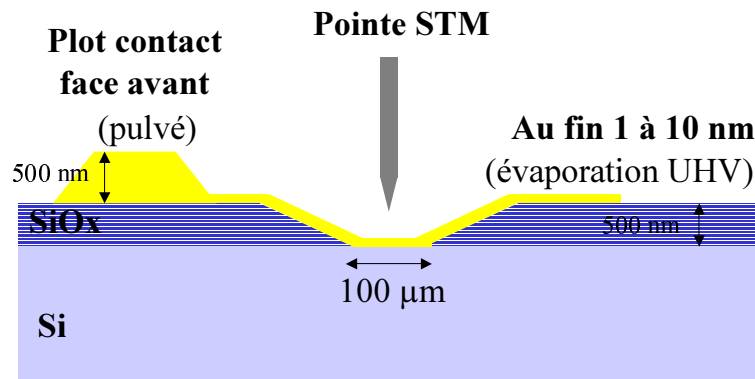


FIG. 3.2: Dispositif expérimental de la structure Au/Si. La fenêtre est définie par lithographie optique et gravée chimiquement dans un oxyde épais. Les plots de contact de 300 à 500 nm d'épaisseur sont déposés par pulvérisation cathodique. La fine couche d'or (1 à 10 nm) formant la barrière Schottky est évaporée sous ultra-vide.

Cette méthode est la plus propre à nos yeux car elle ne nécessite pas de ressortir l'échantillon à l'air, mais elle n'est pas évidente à mettre en oeuvre comme nous allons le voir dans la discussion qui suit.

### Préparation de surface

La fabrication d'une diode Schottky avec une barrière bien uniforme et contrôlée nécessite tout d'abord d'obtenir un substrat semiconducteur le plus propre possible. On utilise un wafer de silicium poli simple face. C'est sur cette face que l'on va déposer la diode, s'assurant ainsi de la planéité de la surface de départ. Le wafer est nettoyé en salle blanche comme nous l'avons vu dans le chapitre 2 et, après avoir fait croître un oxyde épais et effectué les étapes de lithographie optique et gravure, on obtient une série d'échantillons à fenêtres que l'on peut découper.

### *Etude préliminaire de l'hydrogénation du silicium*

La première étude que nous avons faite sur ce sujet a consisté à optimiser le processus de préparation chimique d'une surface de Si. La méthode a été tout d'abord validée sur des wafers de Si neufs sans aucun autre traitement que le polissage du fabricant. On enlève l'oxyde natif d'un échantillon de Si à l'aide d'une solution tampon d'attaque de  $(\text{NH}_4\text{F}:\text{HF})(7:1)$  contenant au total 6% d'acide fluorhydrique. Ceci dure de 30 s à 1 min, l'oxyde natif ayant une épaisseur de quelques nanomètres. On rince ensuite 3 min à l'eau désionisée

(DI). L'échantillon est alors trempé 4 min dans une solution à 40% de  $\text{NH}_4\text{F}$  afin de laisser la surface hydrogénée, c'est-à-dire dont les liaisons pendantes des siliciums sont saturées d'un atome d'hydrogène. Ceci a plusieurs effets bénéfiques pour notre échantillon :

- l'hydrogénation protège la surface de la pollution par des molécules contenues dans l'air
- cette attaque aide à la planéité de la surface sur les wafers orientés (111)

En effet, la saturation des liaisons pendantes du silicium rend celui-ci moins réactif chimiquement, ce qui limite la chimisorption de molécules polluantes. La très grande stabilité, à l'air, de ces surfaces hydrogénées a été constatée par plusieurs auteurs. Aucune oxydation n'a été vue après 300 minutes [45] et une durée de 7 jours a été mesurée pour atteindre l'équivalent d'une monocouche d'oxygène [46] (enfin, même après 6 mois à l'air, l'épaisseur d'oxyde n'est que de 0.8 nm, inférieure à l'épaisseur de l'oxyde natif valant 1.4-1.5 nm [46]). Le deuxième aspect est lié au fait que le  $\text{NH}_4\text{F}$  favorise une attaque chimique qui révèle les plans (111), découvrant ainsi des terrasses dont la normale est suivant l'axe [111].

L'échantillon, une fois rincé de nouveau 3 min à l'eau DI, est introduit le plus vite possible dans l'enceinte ultra-vide (en 5 minutes). Le sas est pompé une heure jusqu'à atteindre la pression de  $\sim 10^{-9}$  mbar. Le pompage est démarré en laminant le flux à l'aide de la vanne de la pompe primaire afin de ne pas balayer l'hydrogène de la surface et que celui-ci protège toujours le silicium même après une heure de mise sous ultra-vide, ainsi que recommandé dans une des premières études par STM de ces surfaces [47].

Les résultats des mesures STM sur un tel échantillon sont montrés sur la figure 3.3. On voit que le processus chimique a permis de faire apparaître des terrasses de 100 nm de large. La surface ainsi obtenue est très plane et exempte de tout polluant. Chaque marche a une hauteur de 3.14 Å, ce qui correspond à un saut de deux plans atomiques (111) du réseau diamant du silicium. On peut donc retrouver la désorientation de la normale à la surface par rapport à la direction [111] : on trouve un angle inférieur à  $0.2^\circ$ , ce qui correspond à la spécification du fabricant.

### *Planéité de la fenêtre*

La morphologie de la surface de Si découverte par l'attaque chimique de l'oxyde dépend de la forme exacte du front d'oxydation lors de la croissance. L'oxyde que l'on fait croître tout d'abord est un oxyde humide épais (500 nm), sa vitesse de croissance étant plus grande. Si on effectue le reste des

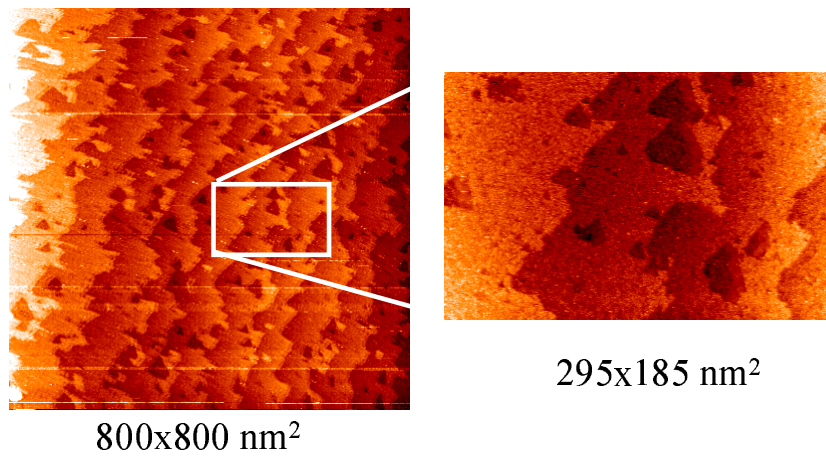


FIG. 3.3: Terrasses à la surface d'un substrat de silicium hydrogéné. La largeur des terrasses est d'environ 100 nm et leur hauteur environ 0.4 nm, ce qui donne la mesure d'une désorientation de 0.2° du wafer par rapport à la direction [111] normale au plan d'une terrasse.

étapes de fabrication à partir de ce wafer, on obtient une surface finale suffisamment rugueuse pour perturber la stabilité des balayages STM.

Afin de diminuer cette rugosité de surface, nous effectuons une étape de plus dans la fabrication d'un échantillon. Après avoir gravé les fenêtres dans le  $\text{SiO}_x$  épais, on replace le wafer dans le four d'oxydation. Cette fois-ci, on effectue une croissance sèche (c'est-à-dire toujours sous flux d'oxygène mais sans vapeur d'eau) d'un oxyde de 50 à 100 nm d'épaisseur. Ce mode de croissance est beaucoup plus lent et donne au front d'oxydation une topologie plus plane. On rappelle en figure 3.4 les courbes de vitesse de croissance d'oxyde en mode humide et sec à différentes températures, tirées de la littérature.

La figure 3.5 montre des mesures de rugosité de surface effectuées avec un AFM en mode contact. On voit que la rugosité est grandement diminuée par l'ajout de la croissance d'un fin oxyde sec au fond de chaque fenêtre.

### Croissance de la couche métallique

Une fois l'échantillon préparé chimiquement et introduit dans la chambre 2 de l'enceinte ultra-vide, on procède le plus rapidement possible à la croissance de la couche d'or formant la diode Schottky, et ceci avant que la surface de silicium n'ait désorbé tout son hydrogène. La croissance se fait par évaporation thermique comme décrit dans la section concernant l'évaporateur du

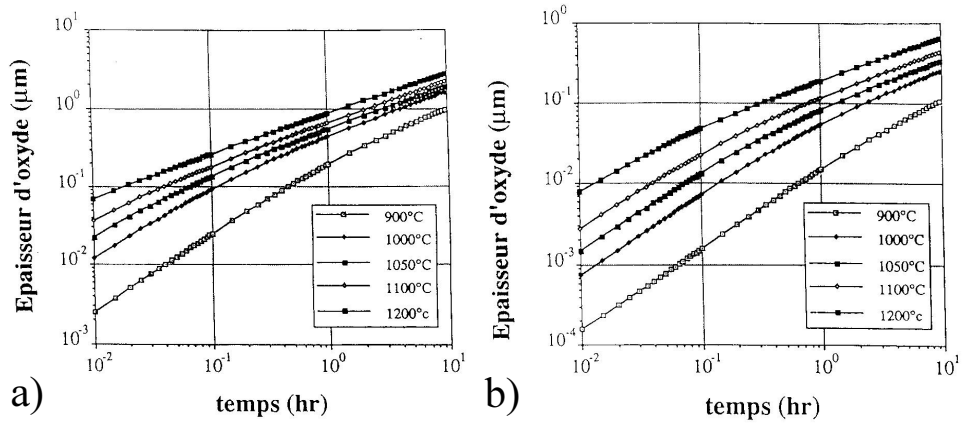


FIG. 3.4: Courbes donnant la vitesse d'oxydation a) humide et b) sèche du silicium (111) à différentes températures.

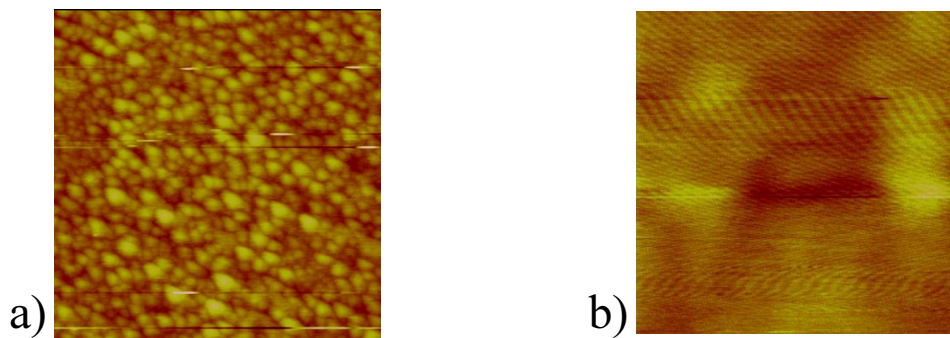


FIG. 3.5: Images AFM au niveau de la fenêtre gravée de deux échantillons différents. a) Pas de croissance d'oxyde sec après attaque. La rugosité est de l'ordre de 15 nm sur une surface de  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$  (pleine échelle en Z : 20 nm). b) Croissance d'un fin oxyde sec après attaque. La rugosité est de l'ordre de 15 Å sur une surface de  $500 \times 500 \text{nm}^2$  (pleine échelle en Z : 2 nm).

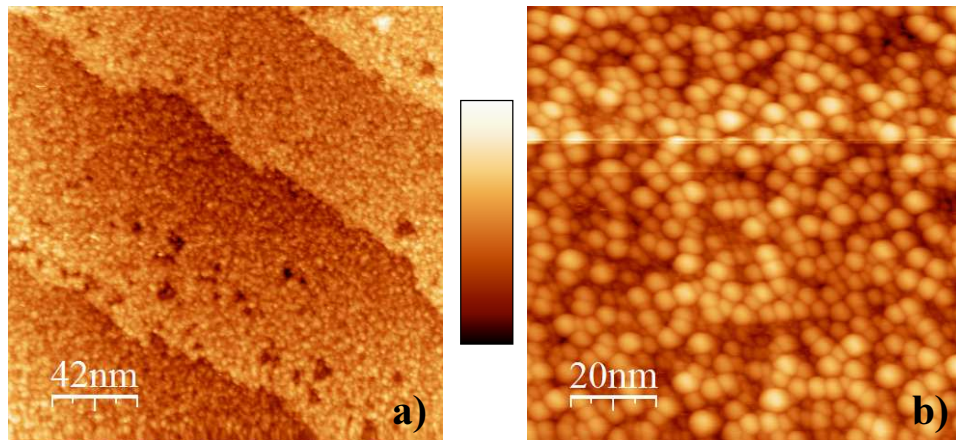


FIG. 3.6: Topographie STM de deux dépôts différents d'Au/Si-H(111). a) Les terrasses de silicium sont toujours visibles après dépôt de 0.8 nm d'Au (mesure m11, échantillon 081003; N-B : 2.26 nm). b) Sur l'échantillon B (mesure m10; N-B : 8.45 nm), après dépôt de 2.5 nm, on n'observe plus de terrasses, mais des grains d'or de 3 à 5 nm de diamètre.

chapitre 2. En figure 3.6 sont montrées des images STM topographiques de grains d'or sur une surface de silicium hydrogéné. Les grains ont un diamètre de 3 à 5 nm pour un dépôt de 2.5 nm d'épaisseur à température ambiante. La première image montre que l'on conserve les terrasses atomiques après dépôt de 0.8 nm d'or. La croissance de Au sur H :Si(111), une surface (1x1) non reconstruite, a été étudiée à température ambiante [48] par photoémission et spectroscopie Auger, et comparée à celle sur la surface non hydrogénée et reconstruite (7x7). Il faut noter que la surface hydrogénée avait été préparée in situ, par exposition à de l'hydrogène atomique pour une température de l'échantillon de 700 K. Ces auteurs ont constaté que la croissance sur la surface (7x7) était de type couche par couche, alors que celle sur la surface hydrogénée procédait par îlots. Dans les 2 cas, une couche de silicium flotte en surface de l'or, ce qui avait été interprété dans des études antérieures comme une diffusion de l'or dans le silicium [49]. En dehors de cette couche, ces mesures ne montrent aucune interdiffusion Au-Si, ce qui est bon pour la formation de la barrière Schottky. Enfin, cette étude a montré une coalescence des îlots d'Au à une épaisseur de 4 monocouches, ce qui correspond à une taille de 3 nm pour les îlots d'or. Cette taille correspond tout à fait à nos mesures STM.



## Contact face avant

L'une des difficultés les plus importantes que nous avons rencontrées au cours de ce travail a été de réussir à relier électriquement le fond de la fenêtre balayée par la pointe STM, à un contact macroscopique face avant. Ce contact est indispensable pour placer la couche métallique au potentiel  $U_{\text{gap}}$ , potentiel de contrôle du STM. Il permet aussi de récupérer la plus grande partie du courant tunnel (duquel a été retranché le courant collecté par le substrat semiconducteur).

La couche d'or fin (et plus généralement de métal) dans la fenêtre doit donc répondre à deux exigences contradictoires :

- être la plus fine possible pour garder un fort taux d'électrons balistiques ;
- être suffisamment épaisse pour que les grains percolent et que le contact électrique se fasse avec l'or épais.

Si le contact est inexistant ou mauvais (c'est-à-dire trop résistif), le potentiel auquel est porté la couche métallique n'est pas connu et le courant injecté risque de passer la barrière Schottky et noyer totalement le signal BEEM que l'on veut mesurer. En effet, dans un tel cas, le seul autre chemin possible pour les électrons étant le contact face arrière, le partage de courant sera fonction de la comparaison des résistances de la Schottky et du contact face avant (voir section (2.1.1)). L'autre problème immédiat que l'on rencontre est un risque de crash de la pointe STM ou tout au moins un balayage très instable.

On montre sur la figure 3.7 la photo au microscope optique de plots d'or déposés par pulvérisation cathodique sur la face avant d'un échantillon. La diode Schottky est bien contactée car les plots descendent dans la fenêtre allongée. On aperçoit aussi le dépôt d'or fin (disque rouge). Les plots de contacts doivent subir une trempe de quelques minutes dans le mélange de gravure et le  $\text{NH}_4\text{F}$  lors du nettoyage chimique de la fenêtre. Des dépôts d'or sur oxyde ne tiennent pas cette étape et il est possible de les voir se détacher de l'échantillon. Pour maintenir les plots en place, il est nécessaire au préalable de déposer une couche d'accrochage de chrome par pulvérisation cathodique.

## Masques lithographiques

Nous avons vu précédemment que l'on définissait la taille de la diode Schottky par une méthode de lithographie optique et gravure de la couche d'oxyde. Les différents masques utilisés lors de cette étude ont évolué en fonc-

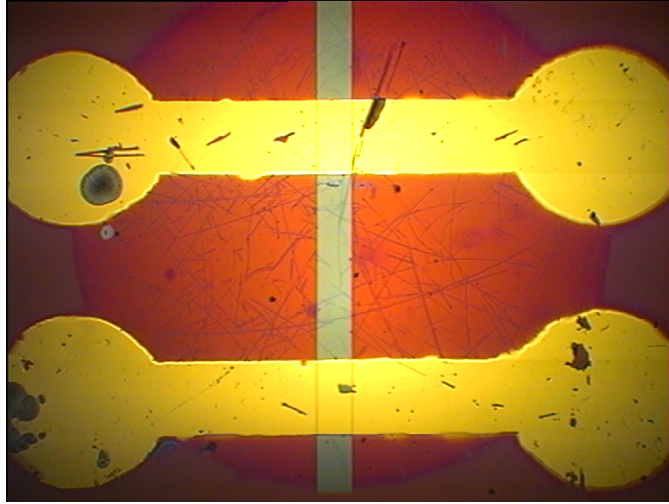


FIG. 3.7: *Cliché de microscopie optique des plots de contact face avant. Sur cet échantillon, les plots d'or en forme d'haltères descendent dans la fenêtre, assurant ainsi un bon contact avec la diode. La fenêtre fait  $250\ \mu\text{m}$  de large. La grande tache centrée de  $3\ \text{mm}$  de diamètre est la fine couche d'or déposée par évaporation ultra-vide.*

tion de la forme exacte que l'on voulait donner aux fenêtres des échantillons. Il est assez facile de définir la surface de diode voulue, ceci conditionnant ensuite la résistance de la jonction Schottky et donc le niveau du signal/bruit en BEEM (voir chapitre 1).

Cependant, plusieurs compromis sont à respecter quant au positionnement et à la forme des fenêtres. La première condition limitante est de pouvoir repérer la fenêtre en ultra-vide à partir de l'extérieur (nécessitant un appareillage optique adapté) et d'y approcher la pointe STM. Dans le chapitre 2, nous détaillons le fonctionnement du microscope tunnel et notamment le fait que l'on ne peut déplacer l'échantillon que dans les directions  $Z$  (d'avant en arrière par rapport à la pointe) et  $X$  (horizontalement). Le mouvement en  $Y$  (verticalement) est en effet bloqué pour le support d'échantillon, afin de réduire le bruit mécanique par suppression de ce degré de liberté. La pointe elle-même ne bouge que très finement ( $1\ \mu\text{m}$ ) à l'aide du tripode piézoélectrique et il est impossible de chercher une zone à balayer sur l'échantillon à partir de son seul déplacement.

La solution envisagée a été de concevoir des fenêtres allongées verticalement pour que la pointe tombe directement à la bonne hauteur à la mise en place de l'échantillon. Il ne reste plus qu'à translater en  $X$  pour se positionner

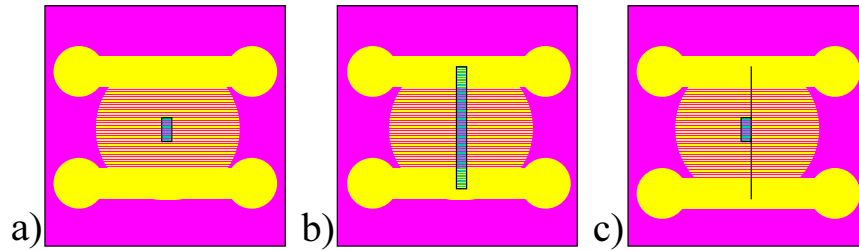


FIG. 3.8: *Etapes de modification de la forme des fenêtres des échantillons. a) la fenêtre est entourée d'oxyde, séparée des plots de contact. b) la fenêtre est suffisamment grande pour atteindre les plots. c) un compromis est trouvé en définissant une petite fenêtre munie de fins canaux la reliant électriquement aux contacts macroscopiques.*

correctement. Ceci étant défini, la forme des fenêtres est donc un rectangle dont le rapport d'aspect permet une longueur suffisante pour faciliter l'approche et une largeur réduite au maximum pour limiter la surface.

La deuxième difficulté qui entre en jeu dans la conception de ces masques est la nécessité de relier électriquement la fenêtre aux plots macroscopiques face avant. Il est apparu lors de nos expériences que l'or fin nécessaire à la technique BEEM ne permet pas une bonne connexion sur l'oxyde. Ce qui fait que nous ne pouvons pas isoler une fenêtre loin des plots d'or. La première idée était alors de former de très longues fenêtres allant rejoindre les plots comme montré sur la figure 3.7. Cependant, la surface de la diode est augmentée de façon dramatique.

La prise en compte de tous ces problèmes a mené à une nouvelle forme de fenêtres : une diode allongée munie de très fins canaux de connexion lui ajoutant une surface négligeable. Toutes ces étapes sont décrites sur la figure 3.8 où l'on voit a) une petite fenêtre séparée des contacts macroscopiques, b) une longue fenêtre dans laquelle les dépôts d'or épais viennent faire contact directement avec la surface de l'échantillon et c) la fenêtre hybride, de petite surface mais connectée aux plots par de fins canaux gravés dans l'oxyde. Dans le cas a), la surface de la fenêtre peut être suffisamment petite mais nous avons déjà vu que le contact électrique se faisait mal à cause d'une mauvaise continuité des couches d'or déposées sur l'oxyde. Dans le cas b), le problème de contact est réglé mais la fenêtre obtenue a une surface trop grande, ce qui mène à une jonction Schottky pas assez résistive. Le cas c) réconcilie ces deux contraintes en permettant aux canaux de relier électriquement la fenêtre aux plots sans pour autant trop augmenter la surface de la diode Schottky. Il faut bien comprendre qu'il ne nous est pas possible de trop rapprocher les plots

de contact car il sont déposés par pulvérisation cathodique (épaisseur 300 à 500 nm) et que le masque mécanique ne permet pas de définir suffisamment précisément le dépôt et donc crée un risque de déborder sur la zone sensible de l'échantillon.

## B. Voie mécanique

Décrivons à présent une autre méthode de fabrication d'un échantillon BEEM Au/Si. L'échantillon  $D$  en est un exemple. On prépare le substrat de silicium nu (sans oxyde) comme expliqué ci-dessus et on le place le plus rapidement possible sous ultra-vide. On évapore ensuite une fine couche d'or (quelques nanomètres) en délimitant le dépôt par un masque mécanique composé d'une fente de 1 mm de haut et de largeur réglable (typiquement quelques centaines de microns). Ce processus de fabrication s'apparente à celui d'un échantillon Au/GaAs, comme expliqué plus loin, sauf qu'il ne nécessite pas d'étape de lithographie et peut entièrement être fait dans notre laboratoire.

Le masquage sous ultra-vide est bon car l'évaporateur crée un faisceau d'atomes très directionnel (la cible est placée à 50 cm de l'échantillon et le faisceau passe par une cheminée qui filtre en angle les atomes évaporés et permet d'avoir une tache d'évaporation de 1 cm de diamètre au niveau du substrat). Nous pouvons donc nous attendre à ce que l'effet d'ombrage ne nous gêne pas pour délimiter la surface de la diode. Si le dépôt suit immédiatement l'entrée dans l'enceinte et que la surface du Si est toujours hydrogénée, la croissance de la couche d'Au forme une jonction Schottky de bonne qualité.

L'échantillon est ensuite transféré dans la machine de pulvérisation cathodique pour y déposer un plot de contact (dans notre cas, cette machine de pulvérisation n'est pas sous ultra-vide mais dans une autre enceinte). Le défaut de cette méthode est que l'on doit de toute façon ressortir l'échantillon à l'air pour contacter la diode par thermocompression. C'est la raison pour laquelle nous avons poursuivi plus avant la voie technologique car celle-ci peut mener à ne pas repolluer la surface après dépôt ultra-vide.

### 3.1.2 Echantillons Au/GaAs

Le deuxième substrat semiconducteur choisi dans notre étude des diodes Schottky et pour la fabrication des échantillons BEEM est le GaAs. La barrière Schottky Au/GaAs a une hauteur de 0.90 eV, supérieure à celle de Au/Si. Les résistances à tension nulle attendues pour ces jonctions sont donc

plus grandes. Cependant, la masse effective électronique dans le GaAs est plus basse ( $m^* = 0.067$ ), ce qui donne en théorie, un courant collecté plus petit (voir section sur  $I_B(V)$  dans le chapitre 1). En effet, la plus faible valeur de la masse effective restreint encore plus la sélection en angle (en  $k_{\parallel}$ ) par rapport à ce qui se produit avec le Si, ce qui réduit les états disponibles à intégrer pour trouver la valeur du courant collecté.

Un dispositif de fabrication différent de celui utilisé pour Au/Si a été mis en oeuvre pour les échantillons Au/GaAs. Un schéma en est donné sur la figure 3.9. Ces sont des échantillons Au/GaAs(100) fabriqués au LPN Marcoussis en collaboration avec l'équipe de Giancarlo Faini. Le substrat semiconducteur est du GaAs dopé n sur lequel une reprise d'épitaxie permet de passer progressivement d'un dopage de  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$  à  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ . Il se forme un oxyde natif lorsque le substrat est repassé à l'air. La fine couche d'or (10 nm) formant la jonction Schottky est déposée par évaporation dans une chambre séparée, ce qui implique une sortie à l'air et donc une réoxydation. Un réseau de diodes de  $200 \times 300 \mu\text{m}^2$  est ensuite défini par lithographie optique puis gravure par faisceau d'ions. Une deuxième étape de lithographie permet de réaliser par lift-off des plots de contact sur chaque diode. Les jonctions ont toutes été testées macroscopiquement par des mesures I(V). La valeur moyenne de la hauteur de barrière ainsi mesurée est de 0.82 eV. Ces mesures nous permettent par ailleurs de sélectionner les meilleures jonctions (facteur d'idéalité  $\leq 1.1$ ) accessibles à la pointe STM de notre montage BEEM. Seuls quelques plots sont ainsi connectés par thermocompression.

D'autres échantillons ont été fabriqués dans le cadre d'une collaboration avec José-Miguel Garcia de l'Institut de Microélectronique de Madrid. Les substrats de GaAs sont préparés dans une MBE (épitaxie par jet moléculaire) où ils sont désoxydés par craquage d'hydrogène. La couche d'or formant la jonction Schottky est déposée par pulvérisation cathodique dans une chambre connectée à la MBE et dont le vide de base est  $10^{-6}$  mbar. La diode est ensuite définie par lithographie et gravure chimique. Une deuxième méthode de fabrication par ouverture d'une fenêtre dans une oxyde épais ( $\text{SiO}_2$ ) déposé sur le substrat de GaAs est à l'étude à Madrid.

### 3.1.3 Panorama de quelques échantillons typiques Au/Si et Au/GaAs

Nous décrivons à présent les échantillons dont les résultats seront discutés plus en détail dans la suite de ce chapitre.

- $A(\text{Si}/\text{Au-pulvé})$  : échantillon test Schottky Au/Si; plots déposés par pulvérisation cathodique; mesures : I(V) macroscopique;

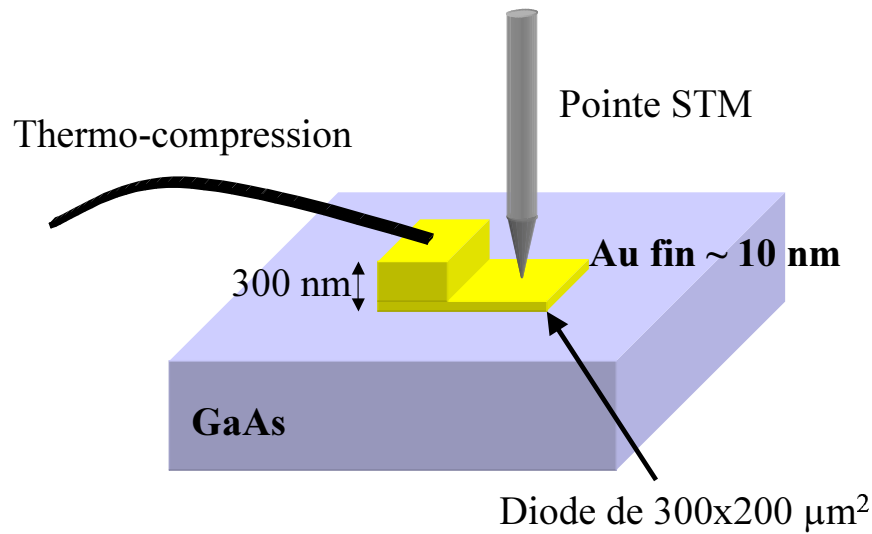


FIG. 3.9: Schéma du dispositif expérimental des échantillons Au/GaAs.

- *B(Si/Au-evap-pulvé)* : échantillon avec fenêtre et gros plots Au/Cr ; dépôt ultra-vide de l'or fin ; pas de contact face avant, malgré plusieurs dépôts successifs par évaporation ultra-vide, on le ressort ensuite pour déposer par pulvérisation un plot de contact qui bave dans la fenêtre ; premières mesures BEEM ;
- *C(GaAs/Au10-evap)* : Au10nm/GaAs ; déposé par évaporation et 2 niveaux de lithographie pour la diode et le plot de contact ; thermo-compression ; mesures : BEEM
- *D(Si/Au7.5-evap)* : Au7.5nm/Si ; évaporation d'or : piste  $1 \times 0.4 \text{ mm}^2$  ; plot de contact par pulvérisation cathodique ; thermocompression ; mesures : I(V) + BEEM
- *E(Si/Au16-evap)* : Au16nm/Si dans fenêtre + plots Au/Cr par pulvérisation ; placé sur support BEEM ; dépôt or fin UHV ; mesures : BEEM
- *F(Si/Au5-pulvé)* : Au5nm/Si ; dépôt or fin par pulvérisation ; mesures : BEEM
- *G(GaAs/Au8.5-evap)* : Au8.5nm/GaAs ; préparation GaAs et dépôt Au sous MBE ; passage à l'air puis dépôt progressif de l'empilement vanne de spin par évaporation ultra-vide ; mesures : BEEM

### 3.1.4 Mesures macroscopiques : I(V)

Le dispositif expérimental des mesures I(V) 4 pointes est décrit dans le chapitre 2. Il a servi au moment de l'étude des contacts ohmiques, pour la mesure de résistance de couches minces, mais principalement pour la caractérisation des diodes Schottky des échantillons BEEM.

Les mesures macroscopiques sont très utiles pour déterminer les paramètres physiques importants des diodes Schottky. Un spectre I(V) d'une telle jonction a un comportement redresseur, avec un sens direct (passant) et un sens indirect (bloqué). Lors d'une expérience BEEM, la diode Schottky n'est pas polarisée. En fait elle l'est tout de même, mais très peu (0.27 mV) par la tension de décalage (offset) de l'amplificateur opérationnel assurant la conversion courant-tension in situ. Le paramètre qui nous intéresse particulièrement est donc la résistance à tension nulle  $R(V = 0)$ . Au chapitre 1 nous avons écrit l'équation donnant cette résistance en fonction de la température et de la densité de courant de saturation ( $J_s$ ) :

$$R(0).S = \frac{nkT}{eJ_s}$$

où S est l'aire de la diode et

$$J_s = A^{**}T^2 \exp\left(-\frac{\Phi_B}{kT}\right)$$

(voir chapitre 1). On voit qu'elle varie très fortement avec la température qui apparaît dans l'exponentielle. A température donnée, ce qui va jouer sur la valeur de la résistance d'une diode va être son aire S.

#### **Echantillon A (Si/Au-pulvé)**

La figure 3.10 présente un spectre I(V) tiré d'une mesure macroscopique effectuée sur l'échantillon A (Si/Au-pulvé) (mesure 2602-w01). Cet échantillon est une diode Schottky Au/Si (disque de 2 mm de diamètre) déposée par pulvérisation cathodique. Le substrat est Si(111) dopé n (résistivité 1 – 5  $\Omega$ cm). Sur cette courbe, les points expérimentaux (cercles vides) sont ajustés par la fonction densité de courant ( $J(V)$ ) calculée à l'aide du modèle théorique de thermoémission que nous expliquons dans le chapitre 1. On remarque un ajustement imparfait aux tensions négatives qui correspond à la présence d'une résistance en parallèle.

La figure 3.11 est un ajustement linéaire des données entre  $-3.6V$  et  $-1V$ . La pente de cette droite donne la résistance de saturation en inverse (résistance en parallèle). Lorsque l'on prend en compte cette résistance en

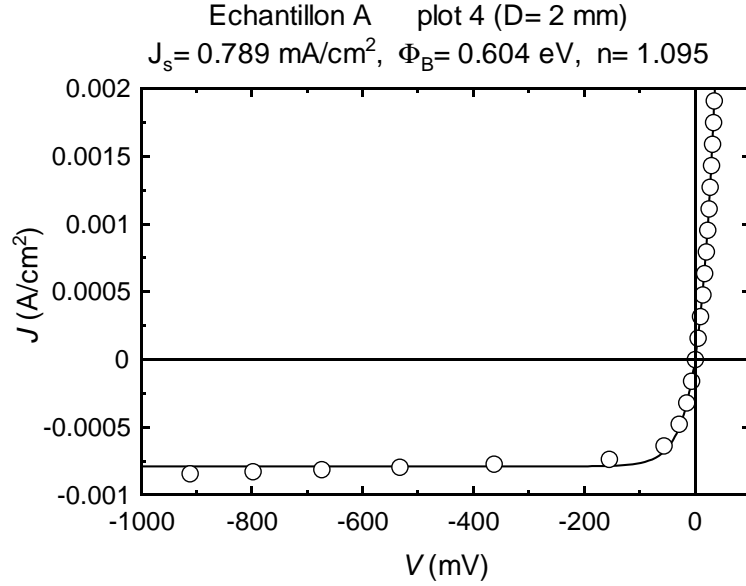


FIG. 3.10: Courbe  $J(V)$  macroscopique obtenue à l'aide d'une mesure 4 points (mesure 2602-w01) sur l'échantillon A (Si/Au-pulvé). Les points expérimentaux (entre  $-1V$  et  $+100mV$ ) sont ajustés par la fonction donnant la densité de courant, tirée du modèle de thermoémission (eq. (1.27)) (trait plein).

parallèle, un meilleur ajustement est trouvé (figure 3.12). La valeur de la hauteur de barrière Schottky obtenue ne change pas ( $0.605 \text{ eV}$ ), alors que le facteur d'idéalité chute à  $n = 1.05$ . Nous rappelons que nous ne gardons que les mesures dont le facteur d'idéalité ne dépasse pas  $n = 1.1$ . La résistance en parallèle mesurée est à considérer si l'on veut ajuster au mieux les données expérimentales. Cependant, elle n'influencera pas la valeur de la résistance à tension nulle, au vu de la différence de pente dans la courbe expérimentale. Nous pouvons toutefois nous faire une idée de l'origine de cette résistance en parallèle à partir de l'observation du vieillissement en temps de cet échantillon.

Il a en effet été mesuré sur une période de 3 semaines, et été gardé sous atmosphère ambiante. L'évolution temporelle, mesurée sur plusieurs plots, montre une dérive systématique comprenant une diminution de la densité de courant à saturation  $J_s$  concomitante avec une augmentation de la résistance en parallèle. De plus, les 2 quantités évoluent dans la même proportion (un facteur allant jusqu'à 4 pour la plus longue durée). Il ne semble pas possible d'attribuer cette évolution à une dérive de la température ambiante, un fac-



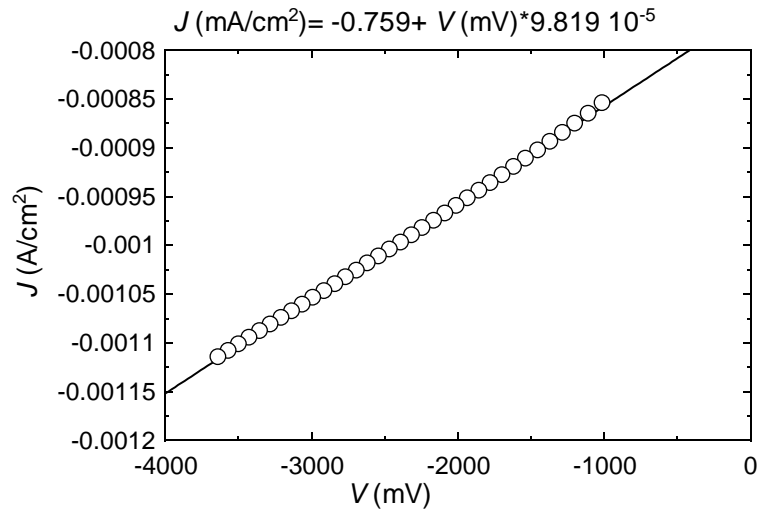


FIG. 3.11: Ajustement des points de la courbe de la mesure 2602-w01 entre  $-3.6V$  et  $-1V$ . L'ajustement linéaire donne la valeur de la résistance en parallèle.

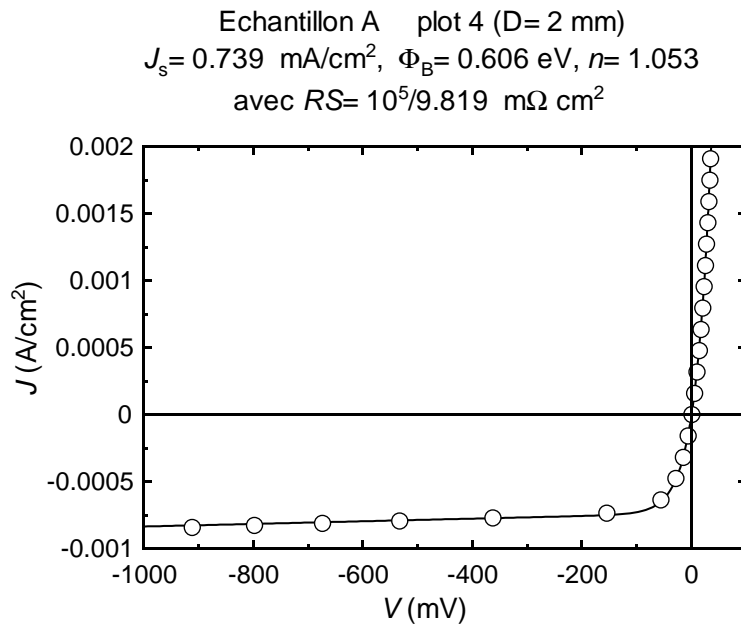


FIG. 3.12: Reprise de l'ajustement de la mesure 2602-w01 en prenant en compte la résistance en parallèle, déterminée aux fortes tensions en inverse (Fig. 3.11). On obtient  $\Phi_B = 0.6eV$  pour un facteur d'idéalité  $n = 1.05$ .

teur 4 impliquant un refroidissement du laboratoire de 20 degrés! (malgré les réductions de chauffage ayant affecté l'Université à cette période). Le plus probable est un détachement progressif de la couche d'or, par corrosion du silicium. Il s'ensuit une réduction de la surface, et une modification des bords de l'échantillon. Dans l'hypothèse d'une résistance en parallèle due à des zones ohmiques en bordure des plots du fait d'un fort champ électrique local, celle-ci devrait disparaître par décollement progressif de l'or. Or nous observons la même évolution relative des deux quantités. L'hypothèse la plus naturelle qui permet d'expliquer cela est que, le décollement réduisant la surface, il y a une densité constante de zones ohmiques dans la jonction Schottky.

La détermination usuelle du facteur d'idéalité  $n$  est faite en mesurant à de plus hautes tensions dans le sens direct. Comme les courants sont plus importants, il faut éventuellement corriger les données par la présence d'une résistance en série qui masque l'exponentielle. Nous n'avons pas fait la mesure ainsi car, comme indiqué plus haut, nos jonctions travailleront à tension nulle.

#### **Echantillon $D(Si/Au7.5-evap)$**

Nous avons effectué des mesures macroscopiques sur l'échantillon  $D(Si / Au7.5-evap)$  présenté dans la section de fabrication des échantillons Si comme l'exemple d'une diode ( $1 \times 0.4mm^2$ ) déposée directement sous ultra-vide sur un substrat nettoyé, sans étape lithographique. Sur les figures 3.13 et 3.14 sont reportés les données et les ajustements des spectres  $I(V)$  correspondants. Le dernier ajustement prend en compte la résistance de la jonction Schottky à saturation en inverse (résistance en parallèle de  $3.3 \cdot 10^4 \Omega.cm^2$ ). Il fournit alors les valeurs  $\Phi_B = 0.697$  eV et  $n = 1.034$ .

En ce qui concerne la hauteur de barrière, la valeur trouvée pour l'échantillon déposé par évaporation est supérieure et plus proche de la valeur théorique que celle de l'échantillon déposé par pulvérisation cathodique. La valeur attendue de 0.8 eV pour la hauteur de barrière est la valeur trouvée dans la littérature pour une diode Au/Si qui ne possède pas d'états d'interface bloquant le niveau de Fermi. Si le niveau de Fermi est laissé libre, la hauteur de la barrière est essentiellement due à une différence de travail de sortie des deux matériaux, donc est fixée pour un couple M/S donné. Si des états d'interface bloquent le niveau de Fermi, la valeur de la hauteur de barrière est abaissée (voir chapitre 1 pour une discussion plus détaillée). Dans la plupart des cas expérimentaux, les interfaces ne sont pas exemptes d'impuretés et la hauteur de barrière est moindre que 0.8 eV. On peut s'attendre à ce que ceci s'améliore avec un dépôt en ultra-vide. C'est effectivement le cas : entre nos

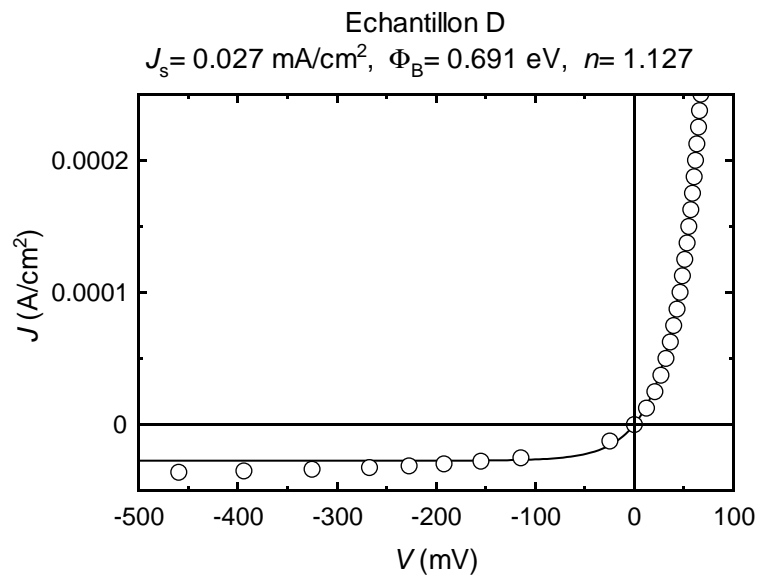


FIG. 3.13: Courbe  $J(V)$  macroscopique obtenue à l'aide d'une mesure 4 points (mesure 040503a) sur l'échantillon D(Si/Au7.5-evap) (diode de  $1 \times 0.4 \text{ mm}^2$ ). Les points expérimentaux (entre  $-500 \text{ mV}$  et  $+100 \text{ mV}$ ) sont ajustés par la fonction, tirée du modèle de thermoémission (eq. (1.27)) (trait plein). Les intervalles de confiance à 95% sont 1.086 à 1.168 pour  $n$  et 0.689 à 0.694 pour  $\Phi_B$ .

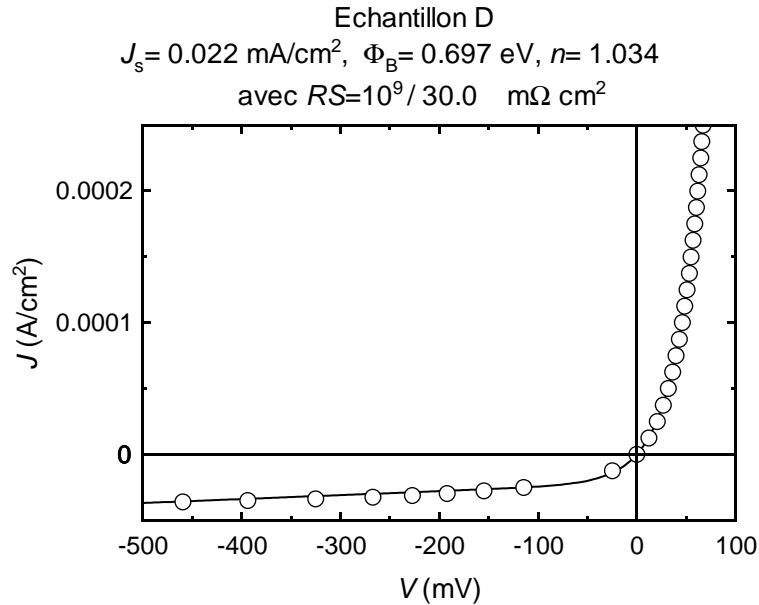


FIG. 3.14: Reprise de l'ajustement de la mesure 040503a en prenant en compte une résistance en parallèle. Les intervalles de confiance à 95% sont maintenant de 1.017 à 1.052 pour  $n$  et de 0.696 à 0.698 pour  $\Phi_B$ .

deux échantillons, celui fait par évaporation UHV a une hauteur de barrière supérieure (0.69 eV) à celui réalisé par pulvérisation cathodique (0.60 eV).

### 3.1.5 Mesures BEEM sur Au/Si

Les échantillons Au/Si étudiés ont été fabriqués selon un dispositif principal, en définissant la diode Schottky par lithographie optique. Ceci est expliqué en détail dans la section échantillons du chapitre 3 et les processus et méthodes chimiques sont exposés dans le chapitre 2. D'autres échantillons Au/Si ont été formés à l'aide d'un dépôt direct de la diode par évaporation ultra-vide (échantillon *D(Si/Au7.5-evap)* par exemple). Le premier dispositif a été représenté sur la figure 3.2. La fenêtre est lithographiée et gravée (par voie chimique) dans un oxyde épais pour révéler la surface de silicium. Des plots de contact épais sont déposés par pulvérisation cathodique autour de la diode. La dernière étape consiste à faire croître en ultra-vide la couche d'or mince qui forme la barrière Schottky et fait le contact électrique simultanément.

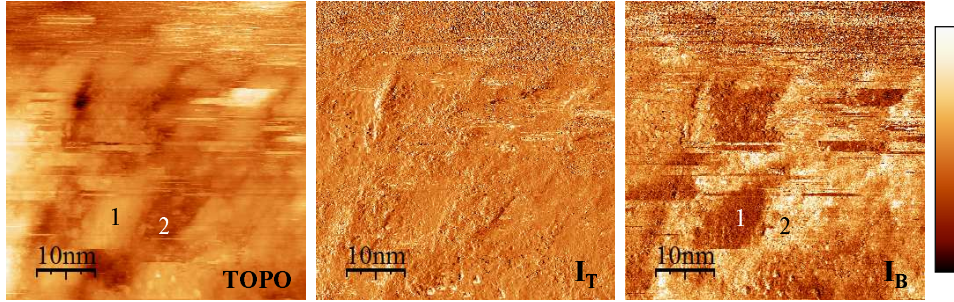


FIG. 3.15: Images (mesure m23) topographique, du courant tunnel et BEEM sur l'échantillon  $Au/Si(111)$  B(Si/Au-evap-pulvé). La zone balayée est de  $50 \times 50 \text{ nm}^2$ . Les mesures sont prises à  $V_T = 2 \text{ V}$  et  $I_T = 1 \text{ nA}$ . On voit une anti-corrélation entre l'image topographique et le signal BEEM : zones 1 et 2. Pleine échelle Noir-Blanc : (Z)4.64 nm ; ( $I_T$ )0.68-1.30 nA ; ( $I_B$ )0.29 nA.

### Premier échantillon BEEM : $B(Si/Au\text{-evap-pulvé})$

Le tout premier résultat de microscopie BEEM que nous avons obtenu est montré sur la figure 3.15. Ce sont des mesures sur l'échantillon  $B(Si/Au\text{-evap-pulvé})$ . Le balayage tunnel est instable et en conséquence, les images sont bruitées mais l'on observe un contraste dans le signal BEEM.

Il existe une anti-corrélation entre ce signal et la topographie mesurée simultanément. La zone à fort signal BEEM (la plus claire, numérotée 2) correspond à la zone de plus basse altitude (épaisseur de la couche plus faible, voir image topographique) et réciproquement, la zone à faible signal BEEM (zone numéro 1) correspond à la zone de plus haute altitude.

Le profil le long d'une ligne de balayage présenté sur la Fig. 3.16 montre que cette anticorrélation est présente sur l'ensemble de l'image. Notons que les mesures lors du balayage retour donnent le même profil du courant BEEM, au bruit près, alors que le courant tunnel ne varie que de  $\pm 10\%$ . Toutefois (i) il existe une zone à gauche de cette ligne ne montrant pas une anticorrélation, mais une corrélation positive (plus de hauteur et malgré cela plus de courant BEEM) (ii) le courant BEEM varie beaucoup plus rapidement que la topographie, et les variations de hauteur sont assez modestes (2 nm au maximum). Comme vu au chapitre 1, on attend une variation exponentielle du courant avec l'épaisseur, dans le cas d'un effet de libre parcours moyen. Les variations observées ne sont pas compatibles avec un tel effet. L'origine la plus probable pour expliquer des variations de courant BEEM si fortes et si rapides (par rapport à celles de la hauteur) est qu'il existe, à l'interface entre le silicium et l'or, une couche parasite. On verrait alors en topographie son épaisseur, alors qu'elle est recouverte par l'or. Le BEEM

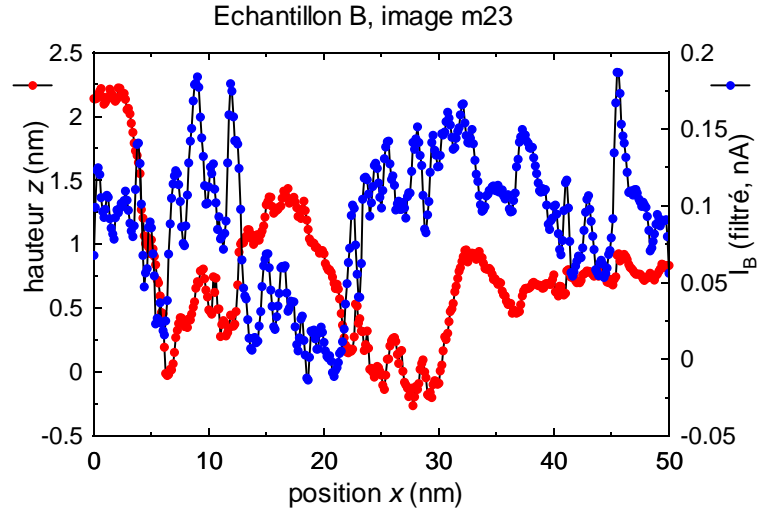


FIG. 3.16: Profils pris le long d'une ligne de balayage de l'image précédente, au travers des zones 1 et 2. La topographie a été corrigée d'un plan incliné sur l'ensemble de l'image, et le courant BEEM a été filtré (filtre gaussien sur 5 points). Ce courant n'est pas normalisé au courant tunnel, qui vaut 1 nA dans cette image.

permet de la détecter avec une excellente résolution.

On montre sur la figure 3.17 une démonstration de la résolution latérale dans le signal BEEM obtenue avec notre technique. Le profil effectué sur l'image BEEM de l'échantillon pilote présente une marche de largeur  $\approx 1$  nm. L'excellente résolution mesurée sur cet exemple est en accord avec celle attendue théoriquement.

Les mesures spectroscopiques effectuées respectivement sur une zone à fort et à faible signal BEEM montrent des comportements tout à fait différents. Sur la figure 3.18 a été tracé le courant BEEM  $I_B$  en fonction de la tension de polarisation tunnel ( $V_T = U_{\text{gap}}$ ). Le courant tunnel acquis simultanément est tracé en figure 3.19. On voit que  $I_T$  est bien régulé autour de la valeur 1 nA. Le spectre pris dans la zone à faible signal BEEM reste sensiblement constant alors que celui pris dans l'autre zone décolle pour une tension d'environ 0.75V.

Pour être fabriqué, cet échantillon a dû être ressorti à l'air car le contact face avant était trop résistif. Nous avons alors redéposé des plots de contact dans la machine de pulvérisation, en débordant dans la fenêtre. La sortie à l'air explique en partie la mauvaise qualité des images.

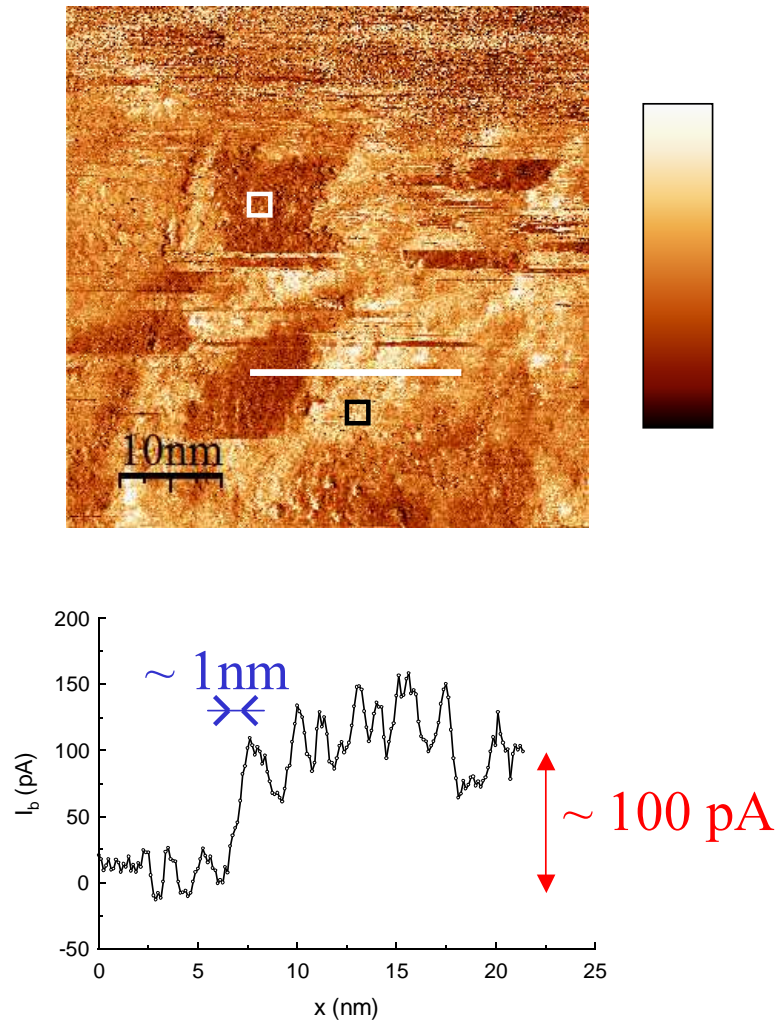


FIG. 3.17: Détermination de la résolution de la technique BEEM. On a représenté le profil d'intensité du signal collecté le long d'une ligne de balayage à la frontière entre une zone à fort signal et une à faible signal (image BEEM). La marche dans le profil a une largeur de  $\sim 1$  nm, donnant un ordre de grandeur de la résolution obtenue. Les carrés noir et blanc indiquent respectivement la position 6 et 17 des spectroscopies effectuées. N-B : 0.29 nA.

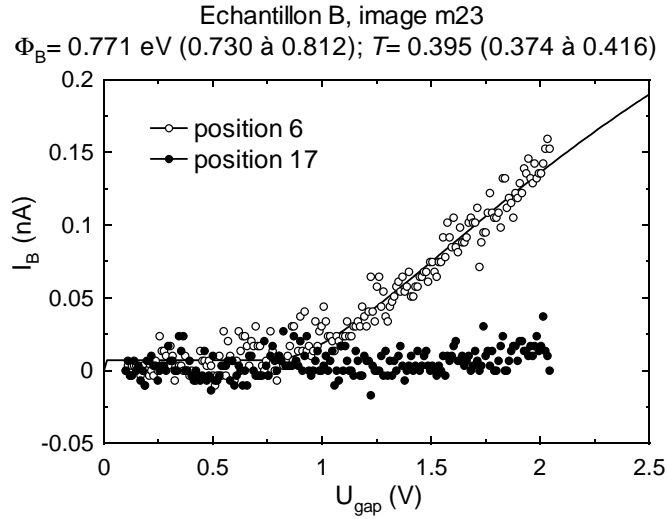


FIG. 3.18: Spectres BEEM pris à deux positions de l'image m23 de l'échantillon B(Si/Au-evap-pulvé), acquis avec  $I_T = 1$  nA (voir figure 3.19). L'ajustement est fait par une fonction calculée à l'aide du modèle théorique de Bell et Kaiser (BK) (voir chap.1). On trouve  $\Phi_B = 0.77$  eV.

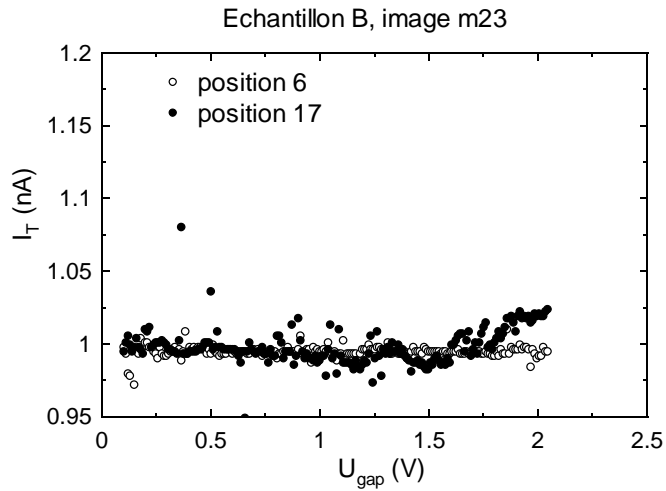


FIG. 3.19:  $I_T(V)$  correspondants aux spectres BEEM de la figure 3.18. Le courant tunnel est bien régulé à la valeur de consigne  $I_T = 1$  nA.



### Echantillon $D(\text{Si}/\text{Au}7.5\text{-evap})$

Cet échantillon a été auparavant mesuré en  $I(V)$  macroscopique (voir section 3.1.4).

Les images (voir figure 3.20) révèlent une bonne stabilité du courant tunnel, qui contraste avec l'instabilité qui caractérise l'image BEEM. La présence de transitions horizontales dans l'image BEEM, que l'on retrouve dans l'image topographique, est caractéristique d'instabilités temporelles.



FIG. 3.20: Mesures simultanées des signaux topographiques, du courant tunnel et du BEEM sur l'échantillon  $D(\text{Si}/\text{Au}7.5\text{-evap})$  (mesure m8). Des spectres BEEM ont été enregistrés aux emplacements marqués par les chiffres 1, 2 et 3 sur l'image BEEM. N-B :  $(Z)15.17 \text{ nm}$ ;  $(I_T)0.34\text{-}1.38 \text{ nA}$ ;  $(I_B)0.11 \text{ nA}$ .

Les mesures spectroscopiques prises sur  $D(\text{Si}/\text{Au}7.5\text{-evap})$  sont présentées sur la figure 3.21. Le spectre en position 2 révèle d'ailleurs une telle instabilité, puisque le courant BEEM tombe par moments à zéro avant de remonter sur la courbe qu'il décrivait en fonction de la tension. Le courant tunnel est quasiment in affecté pendant ce temps, comme déjà vu sur les images. La figure 3.22 donne la mesure du courant tunnel en fonction de la tension de polarisation pour les trois positions marquées en figure 3.20.

Les spectres révèlent des hauteurs de barrière assez dispersées, avec des transmissions qui y sont relativement insensibles et, par comparaison aux autres échantillons, relativement élevées (figures 3.23).

On note aussi le très faible bruit des spectres BEEM, en dehors des zones d'instabilité. Ceci peut être relié au très faible signal à vide (4 mV) et à la bonne barrière Schottky relevée en mesure macroscopique. Cette voie de fabrication donne clairement de bons résultats.

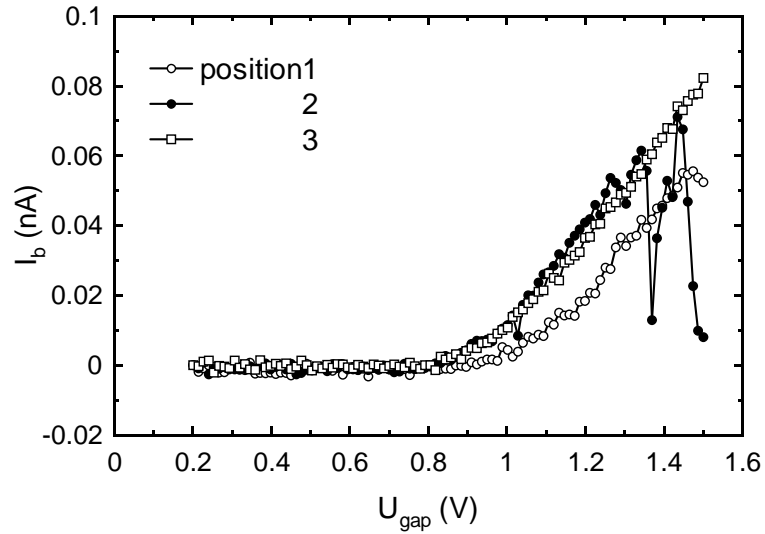


FIG. 3.21: Spectres  $I_B(U_{\text{gap}})$  mesurés sur l'image BEEM de la figure 3.20 (échantillon D(Si/Au7.5-evap)). Les spectres décollent tous vers la valeur attendue (0.8 V). L'intensité du signal varie d'un spectre à l'autre et le spectre de la position 2 est instable à partir de 1.3 V.

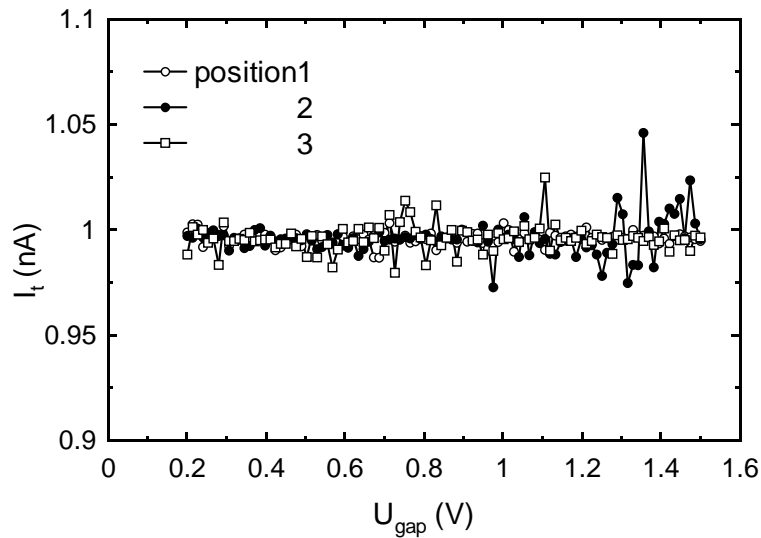


FIG. 3.22: Enregistrement du courant tunnel en fonction de  $U_{\text{gap}}$  aux trois positions de l'image BEEM de la figure 3.20. Le courant tunnel mesuré est globalement constant à la valeur de consigne 1 nA.

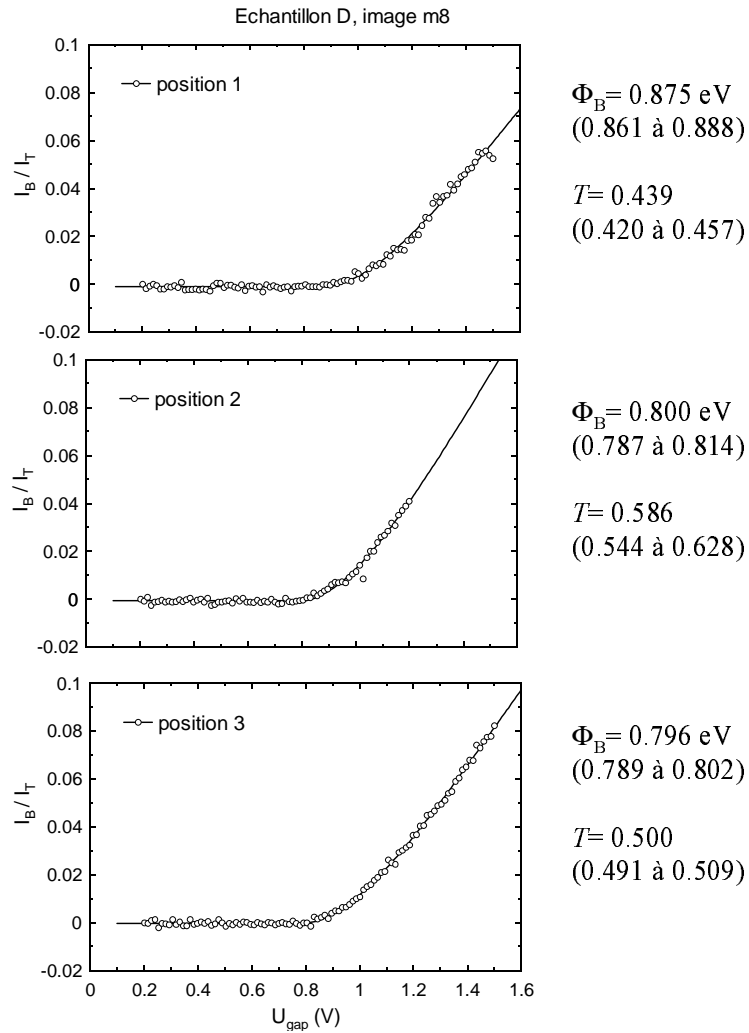


FIG. 3.23: Ajustement des points expérimentaux du spectre BEEM de la position 1 (2 et 3) (échantillon D(Si/Au7.5-evap)). La fonction d'ajustement est celle calculée à partir des hypothèses du modèle BK (voir chapitre 1). On trouve une hauteur de barrière de 0.87 eV (0.80 eV et 0.796 eV) et un facteur de transmission de la couche métallique  $T = 0.44$  ( $T = 0.59$  et  $T = 0.50$ ).

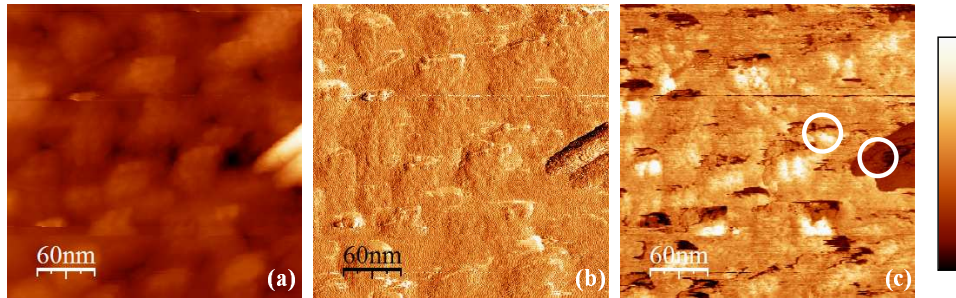


FIG. 3.24: Mesures STM et BEEM prises simultanément sur l'échantillon  $E(\text{Si}/\text{Au}16\text{-evap})$  (mesure  $m8$ ). a) Topographie de surface d'une zone de  $300 \times 300 \text{ nm}^2$ . On observe une surépaisseur de la couche métallique à droite de l'image. b) Image de l'erreur en courant. c) Signal BEEM acquis en même temps. Au niveau de la surépaisseur le signal BEEM est inexistant.  $N\text{-B} : (Z)36 \text{ nm}; (I_T)2.63\text{-}3.14 \text{ nA}; (I_B)2.5 \text{ nA}$ .

#### Echantillon $E(\text{Si}/\text{Au}16\text{-evap})$

Sur la figure 3.24 sont présentées des mesures STM et BEEM effectuées simultanément sur une zone de  $300 \times 300 \text{ nm}^2$  de l'échantillon  $E(\text{Si}/\text{Au}16\text{-evap})$  d'Au/Si(111).

Dans cet exemple, on remarque sur l'image BEEM une baisse drastique du signal au niveau de la surépaisseur à droite du cliché. Ceci montre bien que l'on mesure un signal dépendant localement de l'épaisseur de métal traversée. Pour bien montrer cet effet, on présente en Fig. 3.25 un profil tiré d'une ligne de balayage centrale. La surépaisseur est très importante cette fois (25 nm), et on peut effectivement comprendre que cela affecte le courant BEEM relatif, par effet d'atténuation par l'épaisseur. Le profil est instructif par ailleurs car il montre qu'en dehors de cette zone très haute, on obtient plutôt un courant BEEM fort quand la topographie est plus élevée, ce qui n'est pas attendu.

L'image BEEM c) de la figure 3.24 comporte, en plus de la surépaisseur, des zones où le signal BEEM est beaucoup plus faible, voire nul. On ne leur trouve pas de corrélation évidente avec la topographie. Dans ce cas, les variations dans le signal BEEM ne sont pas dues à des variations d'épaisseur de la couche d'or. De plus, il apparaît que ces zones se retrouvent une à une dans l'image du courant tunnel. On s'attendrait à mesurer localement un courant tunnel plus bas dans ces emplacements du balayage, pour expliquer la baisse de courant BEEM. Or, c'est le contraire que nous observons : les zones à faible signal BEEM sont en fait des zones à courant tunnel plus élevé !

Le profil suivant (figure 3.26) permet de comparer les variations des cou-

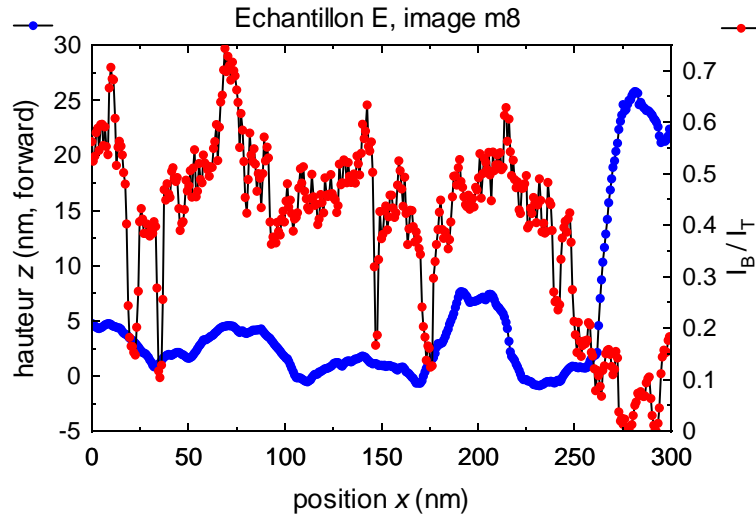


FIG. 3.25: Profils pris le long d'une ligne de balayage située au centre de l'image 3.24, au travers de la zone très haute. La topographie a été corrigée d'un plan incliné sur l'ensemble de l'image, et le courant BEEM (non filtré) a été normalisé au courant tunnel instantané qui vaut environ 3 nA dans cette image. Prendre le courant tunnel moyen sur la ligne ne change ni l'allure ni le bruit de la courbe. Ce courant tunnel est très constant (variations inférieures à 10%), sauf aux bords de la zone très haute où la contre-réaction n'arrive pas à suivre.

rants BEEM et tunnel.

Le courant tunnel est effectivement très constant, avec toutefois des zones où il est nettement plus fort (spécialement au centre de la ligne). A ces endroits le signal BEEM est quasiment nul. Ces zones sont très localisées et ne correspondent à rien de spécial en topographie. Nous n'arrivons pas avec ces seules informations à inférer ce qui se passe à ces endroits. Les spectroscopies présentées plus loin donneront quelques éléments de réponse.

Retenons de cette image BEEM qu'elle comporte, outre la zone très épaisse qui donne un contraste nul, 3 couleurs BEEM : noir, blanc et gris. Les deux premières zones sont assez localisées alors que le gris constitue le fond de l'image.

Les spectres BEEM à deux positions choisies du balayage peuvent être vus sur la figure 3.27. La spectroscopie BEEM effectuée sur une zone blanche ainsi que sous la "montagne" est présentée. Le contraste est vraiment nul sous la montagne. Par contre, on observe en zone blanche une hauteur de barrière inusuelle, et de surcroît une forte transmission, supérieure à la prédiction du modèle. En effet, l'ajustement du spectre qui décolle donne  $\Phi_B = 0.99$  eV et

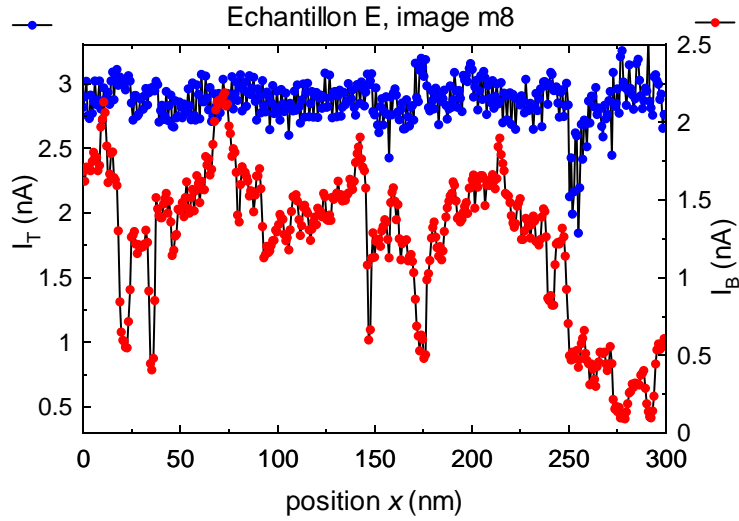


FIG. 3.26: Profils pris le long de la même ligne de balayage que pour la Fig. 3.25, permettant de comparer le courant BEEM au courant tunnel.

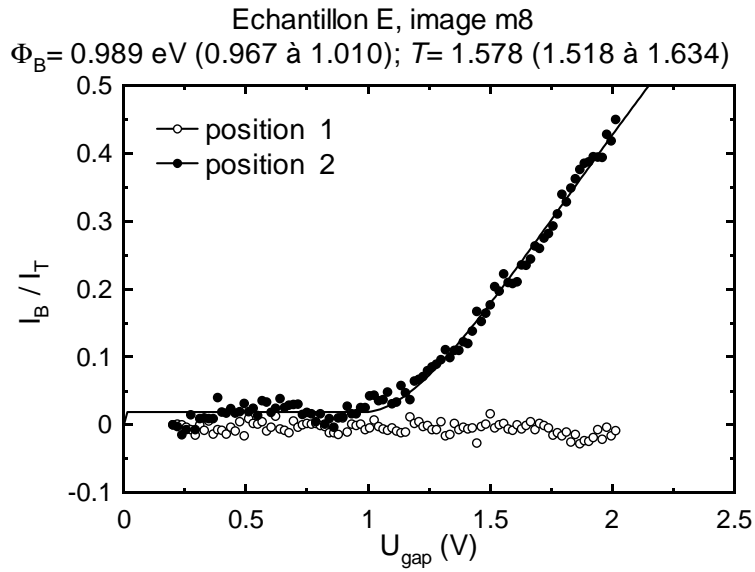


FIG. 3.27: Spectroscopies BEEM sur une zone à fort signal BEEM, et une autre à faible signal (indiquées par les ronds sur la figure 3.24). Les données expérimentales sont ajustées pour le spectre qui décolle, ce qui donne  $\Phi_B = 0.99$  eV et  $T = 1.58$ .

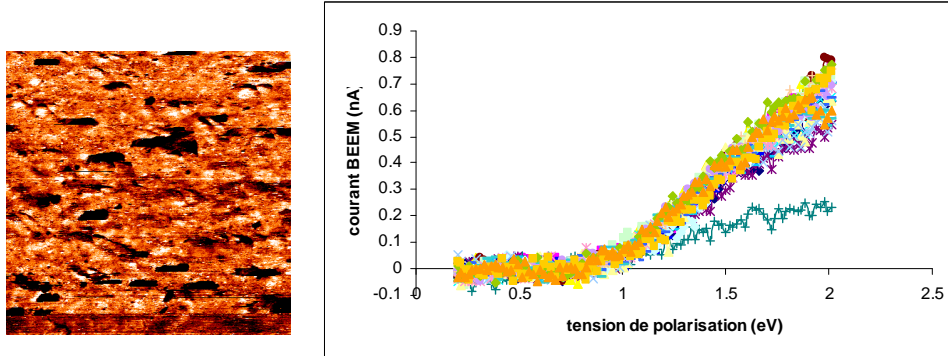


FIG. 3.28: 20 spectres  $I_B(V)$  pris sur toute l'image d'une mesure sur l'échantillon E(Si/Au16-evap). Ils montrent bien que la barrière Schottky est assez uniforme sur cette zone. Image BEEM  $300 \times 300 \text{ nm}^2$ , échelle N-B : 0-0.6 nA.

$T = 1.58$ .

Nous en proposons l'interprétation suivante. La limitation principale du courant BEEM réside dans le désaccord de masses effectives entre métal et semi-conducteur, qui intervient parce que l'on suppose la conservation du vecteur d'onde parallèle à l'interface. Une interface rugueuse à l'échelle de la longueur d'onde électronique dans ce plan (donc l'inverse de ce vecteur d'onde) ne vérifiera plus cette conservation. Il en résulte alors une augmentation du courant BEEM relatif. Ceci est d'ailleurs similaire à une augmentation de la masse effective (cf. chapitre 1).

Sur ce même échantillon, nous avons mesuré une vingtaine de spectres sur une zone de  $300 \times 300 \text{ nm}^2$ . Ceux-ci sont représentés sur la figure 3.28 où l'on montre aussi l'image BEEM correspondante. Les spectres sont très reproductibles et le contraste est moins important que sur l'image BEEM de la figure 3.24. Cependant, il existe toujours ces zones à faible signal BEEM (zones noires isolées dans une zone globalement grise) dont nous avons déjà parlé précédemment. La figure 3.29 est un spectre BEEM obtenu en moyennant 16 spectres pris (en zone grise) sur l'image de la figure 3.28. Le bruit est ainsi largement diminué et l'on trouve pour la valeur de hauteur de barrière Schottky  $\Phi_B = 0.76 \text{ eV}$

La zone grise est assez uniforme, avec des hauteurs de barrière dispersées sur  $0.15 \text{ eV}$  (voir la Fig. 3.30). Les barres d'erreur reportées sur ce graphe indiquent l'intervalle de confiance à 95% tiré de l'ajustement (on reporte ces limites aussi lorsque le résultat d'un ajustement est indiqué dans une figure). Des variations plus fortes que les nôtres ( $0.6$  à  $1.5 \text{ eV}$  [50]) et plus faibles ( $0.82$  à  $0.92 \text{ eV}$  [51]) peuvent par exemple être trouvées dans la littérature

Echantillon E, image m13 : 16 spectres moyennés  
 $\Phi_B = 0.761$  eV (0.752 à 0.770) ;  $T = 1.106$  (1.093 à 1.119)

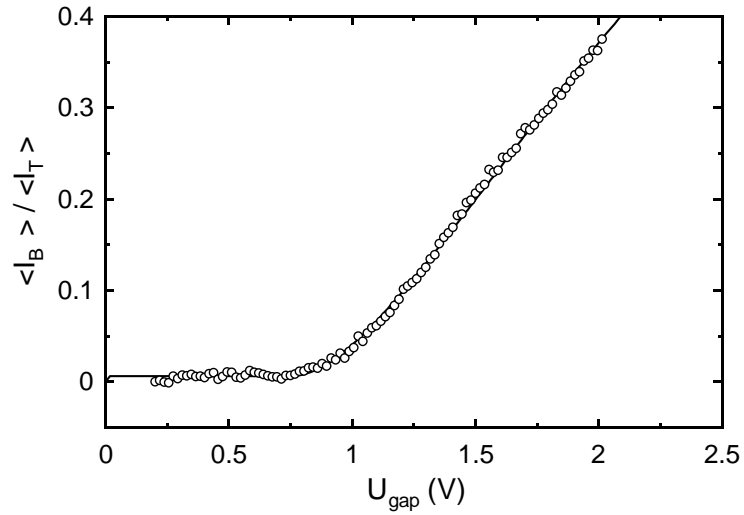


FIG. 3.29: Spectre BEEM obtenu en calculant la moyenne de 16 spectres retenus des mesures de la figure 3.28. La hauteur de barrière trouvée sur cette moyenne est  $\Phi_B = 0.76$  eV.

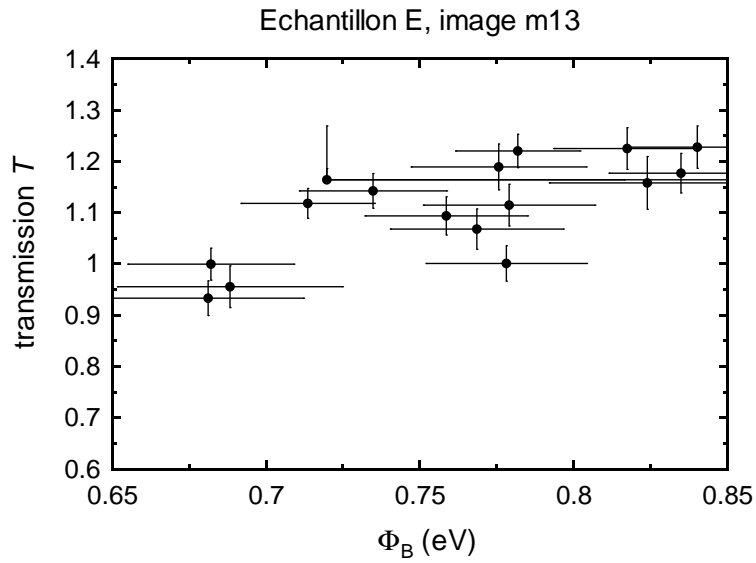


FIG. 3.30: Dispersion et corrélation de  $\Phi_B$  et de  $T$  pour les 16 spectres retenus dans la mesure m13 de la figure 3.28.



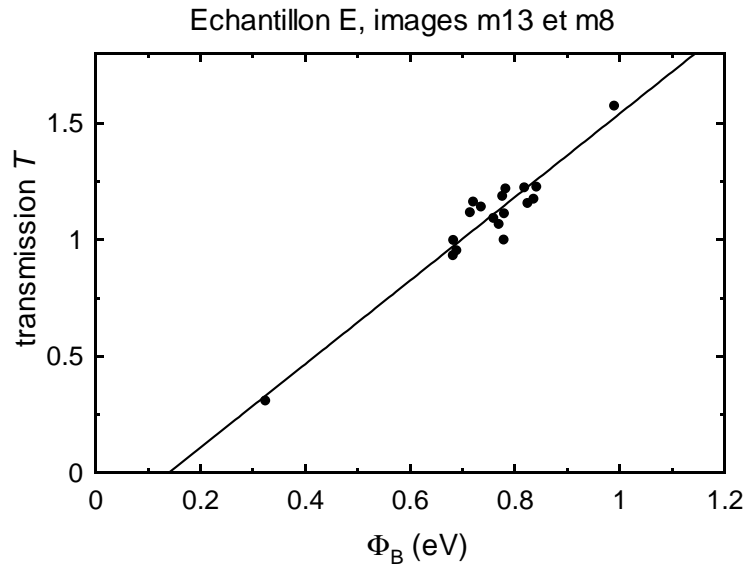


FIG. 3.31: Dispersion de  $\Phi_B$  et de  $T$  pour les 16 spectres retenus dans la mesure m13 de la figure 3.28 auxquels on a rajouté le spectre de la figure 3.27 et celui de la figure 3.28 qui décolle moins.

pour le couple PtSi/(100)Si dans lequel la couche de PtSi sert à augmenter la barrière Schottky. Ce graphe montre aussi une corrélation entre hauteur de barrière et transmission. Poursuivant notre interprétation, nous proposons que les atomes créant la rugosité sont de nature chimique différente de Au et Si, de telle manière qu'ils affectent la hauteur de barrière.

En incluant le spectre réalisé sur la première zone (image de la figure 3.24), et le spectre de la seconde (figure 3.28) qui montait nettement moins que les autres, on obtient un graphe avec un éventail plus large en hauteur de barrière comme en transmission (Fig. 3.31). Il est notable que la corrélation entre hauteur de barrière et transmission qui a été remarquée auparavant se confirme.

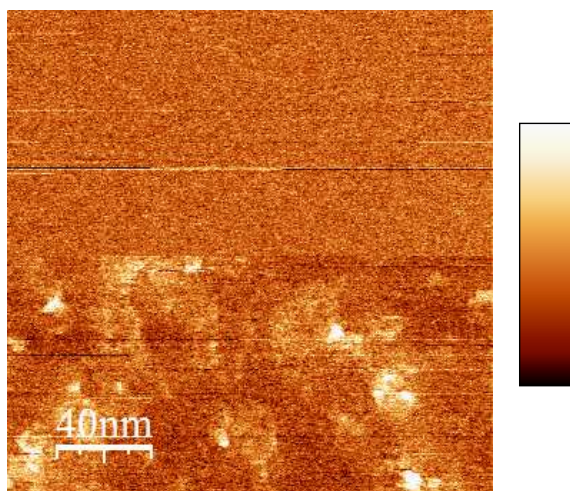


FIG. 3.32: Signal BEEM mesuré sur une zone de l'échantillon F(Si/Au5-pulvé). La première moitié du balayage (en bas) se fait à  $V_T = 1.5$  V, la deuxième moitié à  $V_T = 0.5$  V (mesure à  $I_T = 30$  nA). Dans le premier cas, on observe un contraste dans l'image BEEM, dans le deuxième cas, le contraste disparaît. La topographie mesurée simultanément est montrée en figure 3.33 et le courant tunnel en figure 3.34. N-B : 0.26 nA.

### Echantillon F(Si/Au5-pulvé)

La manipulation ayant permis d'obtenir l'image montrée sur la figure 3.32 met en évidence la nécessité d'injecter les électrons tunnels à une tension supérieure à la hauteur de la barrière Schottky. La première moitié du balayage (bas de l'image) est effectuée à une tension de 1.5 V et la deuxième moitié à une tension de 0.5 V. Le contraste présent dans le signal BEEM disparaît totalement lorsque l'on passe en dessous de la barrière Schottky.

On remarque aussi que l'image BEEM est assez bruitée, alors que les images en hauteur et en courant tunnel sont assez belles (voir figure 3.33 et 3.34). Ceci est à mettre en relation avec la faiblesse de la résistance à tension nulle de l'échantillon (signal à vide de 2 V), qui favorise le bruit Johnson dans le courant BEEM.

Dans la zone inférieure de l'image, des spectroscopies BEEM ont été également réalisées (Fig. 3.35).

On montre la moyenne de 3 spectres pris dans les zones blanches. L'ajustement indique une faible hauteur de barrière, et une très faible transmission. La hauteur de barrière est compatible avec les mesures macroscopiques sur des échantillons similaires (dépôt de l'or fin par pulvérisation cathodique). Des spectres pris sur une autre image donnent un résultat identique. La fai-

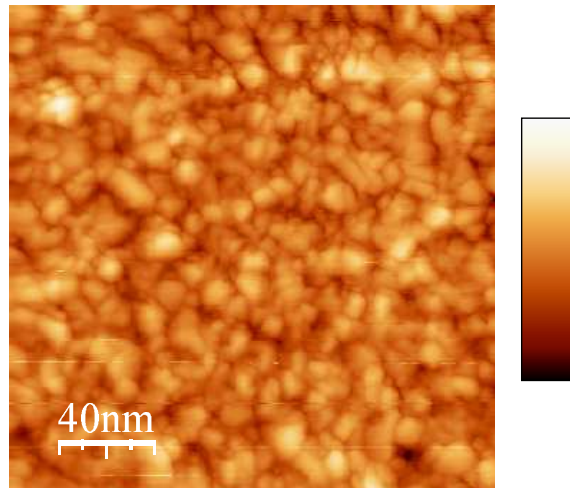


FIG. 3.33: Topographie correspondant à la figure 3.32. N-B :  $(Z)11.03$  nm.

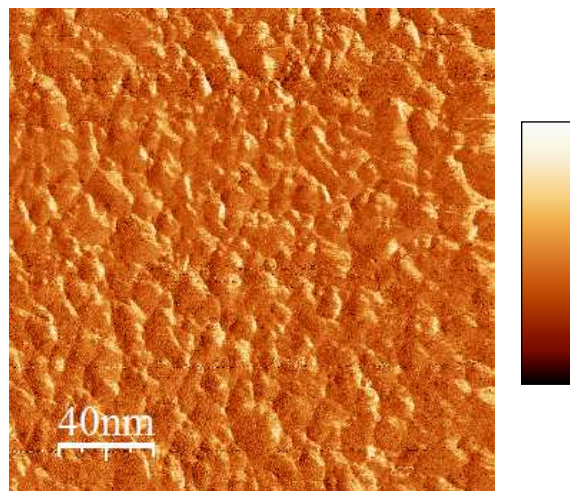


FIG. 3.34: Courant tunnel correspondant à la figure 3.32. N-B :  $(I_T)25-31.5$  nA.

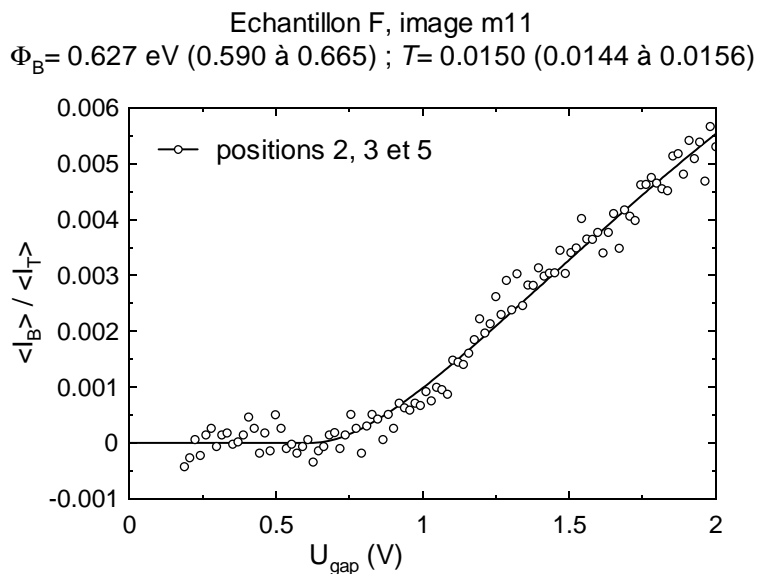


FIG. 3.35: Moyenne de trois spectres pris dans la zone inférieure de l'image de la figure 3.32.

blesse de la transmission peut venir soit d'une couche très épaisse, soit d'un or contenant beaucoup d'impuretés dans lequel le libre parcours moyen des électrons chauds serait fortement diminué. Notre épaisseur estimée étant de  $\approx 5$  nm, la première explication ne semble pas la bonne. Par ailleurs, le bruit important noté dans l'image BEEM pourrait aussi provenir de ces impuretés.

### 3.1.6 Mesures BEEM sur Au/GaAs

Les études de jonctions Au/GaAs ont été réalisées sur des échantillons fabriqués en collaboration avec le LPN à Marcoussis ainsi que l'Institut de Microélectronique de Madrid. Dans les deux cas, les diodes ont été définies par lithographie d'un dépôt d'or évaporé par des équipes maîtrisant la préparation de surface du GaAs.

#### Echantillon C(GaAs/Au10-evap)

La figure 3.36 est une mesure simultanée STM/BEEM effectuée sur l'échantillon C(GaAs/Au10-evap). Le signal BEEM présente un contraste que l'on ne retrouve pas dans l'image d'erreur en courant. La topographie présente une structure en grains, avec assez peu de différences de hauteur. L'image en courant est très plate, indiquant que le STM suit bien le relief. L'image

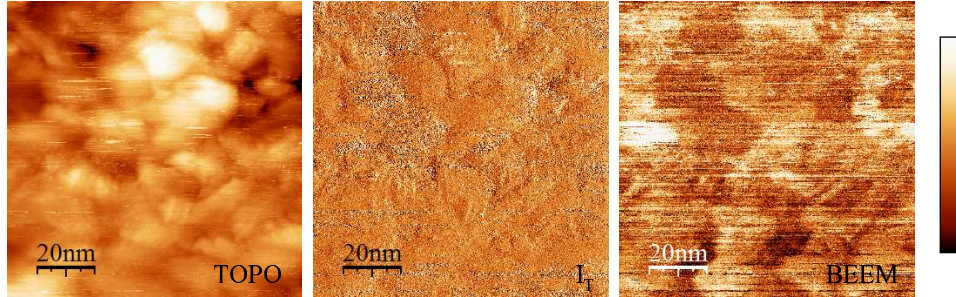
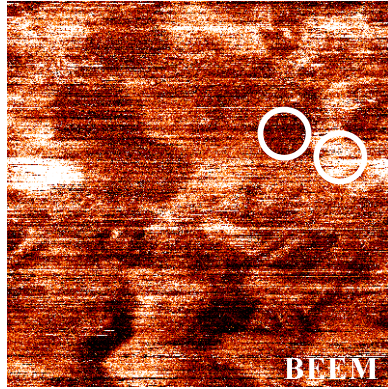


FIG. 3.36: Mesures STM/BEEM effectuées sur l'échantillon C(GaAs/Au10-evap). La zone de balayage est de  $100 \times 100 \text{ nm}^2$ . Les images sont prises à  $U_{\text{gap}} = 1.3 \text{ V}$  et  $I_T = 5 \text{ nA}$ . N-B : (Z)4.21 nm ; ( $I_T$ )4.53-5.4 nA ; ( $I_B$ )13 pA.

BEEM présente des contrastes uniformes par zones, lesquelles sont reliées aux grains vus en topographie. Toutefois, il n'y a pas de corrélation nette entre topographie et signal BEEM, ce qui indique plutôt une différence à l'interface Au/GaAs. Les contrastes obtenus rappellent ceux obtenus sur  $\text{CoSi}_2$  épitaxié sur Si(111) [27]. Ces auteurs avaient attribué les contrastes BEEM observés à un effet d'interférences quantiques dans l'épaisseur, modifiant la structure de bandes dans le métal. Le contraste BEEM dépendait en effet très fortement de la tension BEEM.

Dans un autre travail [52], un contraste BEEM de grains a pu être relié à une charge électrique déposée localement. La preuve de cette origine était l'effaçabilité de ce contraste en extrayant localement des électrons à forte tension (4 V). Ce mécanisme constitue une autre origine possible des contrastes BEEM. Il est à relier aux études par BEEM d'échantillons comportant des barrières d'oxyde, qui ont montré une variation progressive du seuil sous l'effet d'une charge piégée de plus en plus élevée [53, 54].

Deux spectres, pris dans une zone à fort signal et à faible signal BEEM sont montrés dans la figure 3.37. Le premier décolle plus tôt en tension et le signal à 1.5 V est plus important que pour le deuxième spectre. Le spectre pris dans la zone blanche (un seul point car les 2 autres ont trop de bruit près du seuil) montre une forte hauteur de barrière, de presque 1.1 eV. Cette valeur élevée est cohérente avec la valeur obtenue sur l'autre échantillon sur substrat GaAs. La transmission est assez faible (0.1). L'épaisseur de la base étant d'environ 10 nm (à 10% près), cela ne permet pas d'expliquer l'atténuation observée. Rappelons que la masse effective électronique est plus faible dans le GaAs que dans le Si, ce qui entraîne une sélection en moment transverse plus importante et donc une plus faible transmission mais que



Echantillon C, image m15

$\Phi_B = 1.093 \text{ eV}$  (1.075 à 1.111) ;  $T = 0.098$  (0.088 à 0.108)

$\Phi_B = 1.201 \text{ eV}$  (1.156 à 1.246) ;  $T = 0.031$  (0.020 à 0.042)

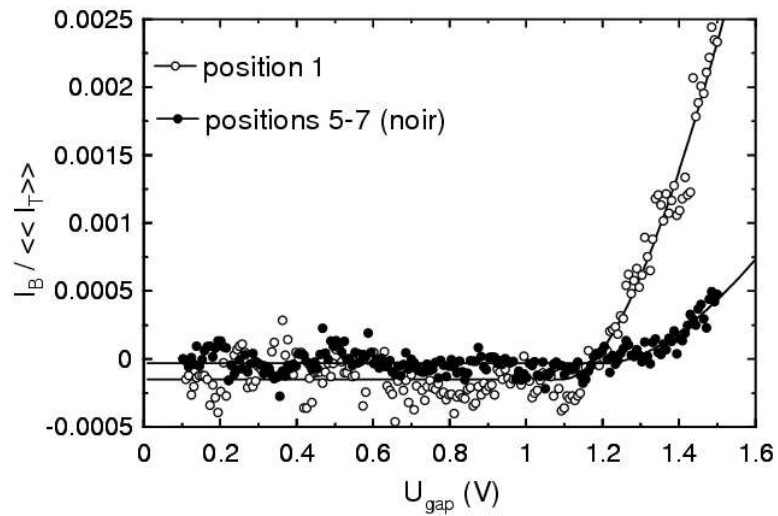


FIG. 3.37: Image BEEM sur l'échantillon C(GaAs/Au10-evap). Deux spectres BEEM ont été enregistrés aux emplacements des deux ronds de l'image BEEM. Le spectre pris dans la zone à fort signal BEEM décolle plus que l'autre spectre pris dans la zone à faible signal.

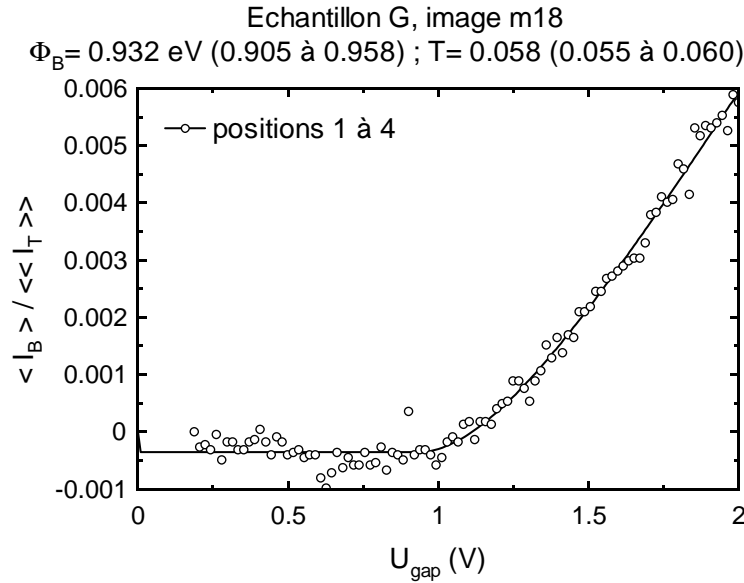


FIG. 3.38: Spectroscopie acquise sur l'échantillon G(GaAs/Au8.5-evap) tel que reçu (courant tunnel de 20 nA, plus précisément de  $19 \pm 5\%$ ). On montre la moyenne de 4 spectres, et son ajustement.

ceci est pris en compte dans la fonction d'ajustement. Le spectre dans la zone noire (moyenne sur 3 spectres) présente une hauteur de barrière encore plus forte (1.2 eV) avec une transmission réduite d'un facteur 3 par rapport à celle de la zone blanche.

Nous avons ainsi une réduction du contraste dans l'image BEEM tant par variation de la barrière locale que par celle de la transmission. Les spectres ne montrent pas d'oscillations du contraste en fonction de la tension. L'origine par effet quantique de taille dans la couche métallique semble donc exclue.

### Echantillon G(GaAs/Au8.5-evap)

\* Cet échantillon a été tout d'abord mesuré tel que reçu. L'épaisseur de la couche d'or déposée est estimée à  $\approx 8$  nm.

Sur des zones avec topographie stable (grains) et courant tunnel relativement constant, des images BEEM assez uniformes ont pu être acquises. La spectroscopie BEEM associée (Fig.3.38) est peu bruitée, avec une hauteur de barrière nettement supérieure à celle sur silicium. La transmission est, sur cette courbe, faible (0.06). Toutefois, une autre image faite à un autre endroit montre des transmissions nettement plus élevées (0.1 - 0.15).

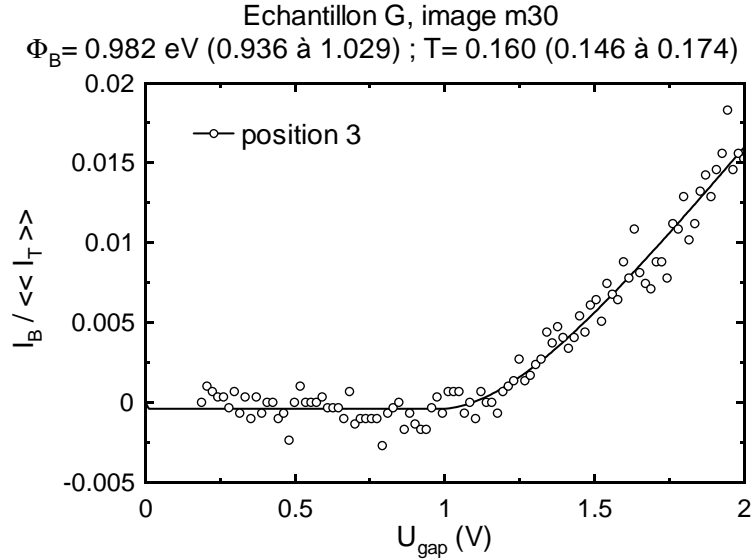


FIG. 3.39: Spectroscopie acquise sur l'échantillon G(GaAs/Au8.5/Cu1.6-evap) après couverture par 1.6 nm de cuivre (courant tunnel de 10 nA très stable à  $\pm 1\%$ ). On montre un seul spectre brut, et son ajustement.

\* Après avoir évaporé environ 1.6 nm de cuivre (pour préparer la croissance ultérieure de la couche magnétique de cobalt), l'imagerie BEEM a été reprise. Comme indiqué sur la Fig.3.39, on ne voit pas de changement notable par rapport à l'échantillon initial, compte tenu de la distribution de transmission mentionnée plus haut. Il n'est donc pas possible de déterminer l'effet sur la transmission BEEM de cette fine couche de cuivre.

\* L'échantillon a été ensuite recouvert successivement de 2.5 nm de cobalt et de 4.2 nm de cuivre (pour protection et découplage de la prochaine couche magnétique). La Fig.3.40 présente les images STM (hauteur et courant) ainsi que BEEM obtenues.

Le courant tunnel a été augmenté 3 fois pour passer de 1 à 4 nA, à environ chaque quart du balayage vertical. La topographie est in affectée par ces augmentations. Elle consiste en des grains avec un relief assez fort (voir les profils montrés en Fig.3.41). Le courant BEEM est observé ne passer que dans les zones où la hauteur est faible, ainsi que souligné en Fig.3.42 et montré directement par le profil de la Fig.3.41. Un second profil prend en compte l'effet des variations du courant tunnel, liées à la forte topographie de cet échantillon (figure 3.43).

Les variations de hauteur étant importantes, il était tentant de les cor-



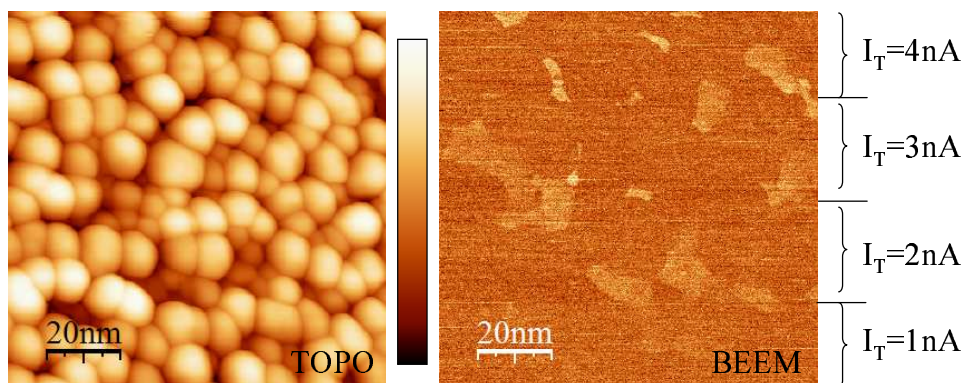


FIG. 3.40: Images topographique et BEEM d'une mesure (m64) sur l'échantillon G (GaAs/Au8.5/Cu1.6/Co2.5/Cu4.2-evap) après avoir déposé 1.6 nm de cuivre, puis 2.5 nm de cobalt et 4.2 nm de cuivre. La mesure est faite successivement à un courant tunnel de 1, 2, 3 et 4 nA (balayage du bas vers le haut). L'image topographique présente des grains de cuivre. Le signal BEEM apparaît à mesure que l'on augmente le courant d'injection. N-B :  $(Z)15.17 \text{ nm}; (I_B)0.17 \text{ nA}$

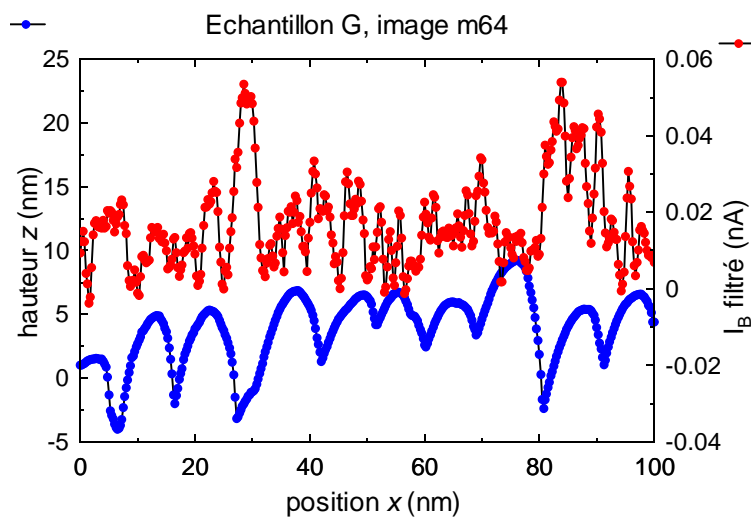


FIG. 3.41: Profils acquis simultanément (sens aller), le long d'une ligne de balayage, de la hauteur et du courant BEEM (filtré sur 5 points par une gaussienne). L'image en hauteur a été au préalable redressée par un plan. Aux fortes dépressions, d'environ 10 nm, correspondent des forts courants BEEM (courant tunnel 4 nA, tension tunnel 2 V).

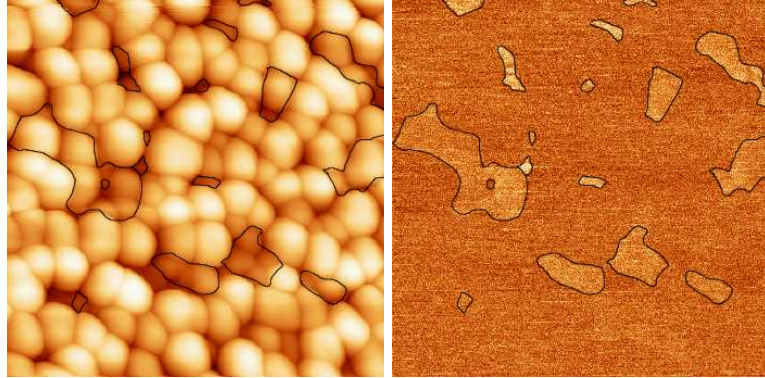


FIG. 3.42: Superposition de l'image topographique et des frontières des zones à fort signal BEEM (échantillon G, mesure m64).

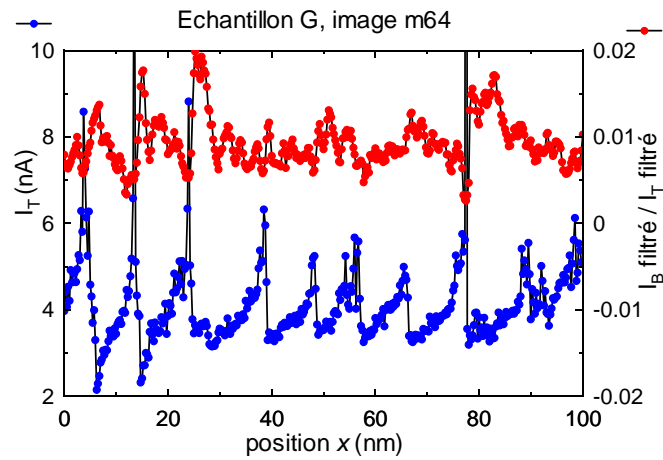


FIG. 3.43: Profils acquis simultanément (sens retour), le long de la même ligne de balayage que pour le Fig.3.41, du courant tunnel et du courant BEEM relatif (rapport des valeurs filtrées sur 5 points par une gaussienne). Par comparaison au profil précédent, on remarque que les fortes variations du courant tunnel diminuent un peu le bruit sur le profil BEEM, et que les traces aller et retour ne sont que peu différentes.

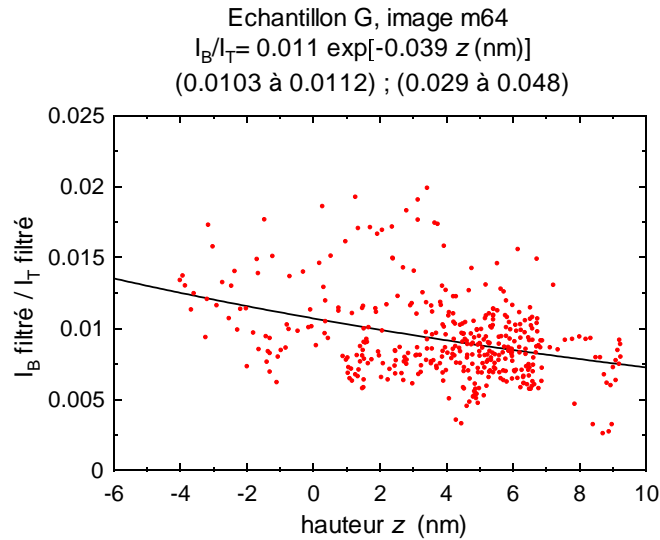


FIG. 3.44: Tracé du courant BEEM relatif en fonction de la hauteur de l'image STM, sur la même ligne de balayage. On a pris la hauteur sur la trace aller et le courant relatif sur la trace retour. Un ajustement par une exponentielle est présenté.

réler à celles du courant BEEM relatif. Cette relation est présentée dans la Fig.3.44. Malgré le fort bruit présent on remarque la tendance, déjà vue sur les images, d'une diminution du signal BEEM pour des fortes hauteurs. L'ajustement exponentiel donne une longueur de décrement de  $25 \pm 5$  nm. En supposant que le substrat est parfaitement plat et que seule l'épaisseur d'or varie, ceci constituerait une détermination du libre parcours moyen des électrons chauds dans l'or. La valeur trouvée est le double de celle de la littérature : l'ordre de grandeur est donc correct. Néanmoins, au vu du bruit, on ne peut pas considérer qu'il s'agit d'une véritable mesure de cette longueur.

La spectroscopie BEEM réalisée sur cet échantillon est semblable aux précédentes. Nous en avons déduit une hauteur de barrière de 1.07 eV et une transmission de 0.1 (Fig.3.45). Ce spectre, en une seule position, est marqué par un fort bruit dont on ne comprend pas l'origine, car la topographie est extrêmement stable et le courant sur ce spectre stable à mieux que 0.3%. Le signal à vide de la détection BEEM n'a que peu évolué pendant toutes ces évaporations, baissant de 900 à 600 mV, ce qui évacue une origine purement électrique de ce bruit. Un second spectre pris plus tard donne  $\Phi_B = 0.93$  eV et  $T = 0.05$ . La variation faible de la transmission par rapport à sa dispersion mesurée avant (et après) tout dépôt ne permet pas ici de conclure quant à un effet d'atténuation des électrons chauds dans la couche magnétique.

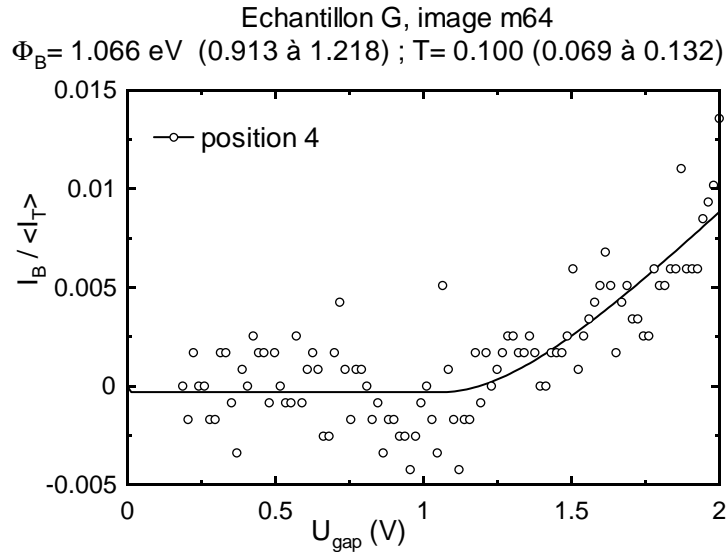


FIG. 3.45: Spectroscopie acquise sur l'échantillon G(GaAs/Au8.5/Cu1.6/Co2.5/Cu4.2-evap) après couverture par 1.6 nm de cuivre, puis 2.5 nm de cobalt et 4.2 nm de cuivre (courant tunnel de 4 nA). On montre un seul spectre brut, et son ajustement.

\* Les dépôts ont été poursuivis (Cu 1.2 nm, puis Co 1.4 nm et enfin Cu 1 nm). Il n'a plus été possible ensuite de recueillir un signal BEEM mesurable et sortant clairement du bruit.

### 3.1.7 Discussion des mesures BEEM

Nous avons donc vu une grande variété de comportements BEEM dans nos échantillons. Des variations - parfois corrélées, parfois anticorrélées - du signal BEEM avec celui de hauteur ont été constatées. Dans la plupart des cas nous avons effectué des spectroscopies afin de relier ces variations à celles de la hauteur de barrière apparente et de la transmission relative des électrons balistiques.

Pour des échantillons élaborés sur silicium, la différence est très nette entre un dépôt par pulvérisation (faible barrière Schottky, très faible transmission, fort bruit BEEM) et par évaporation UHV (fortes barrières de 0.8 à 1 eV, transmission de l'ordre de l'unité 0.5 - 1.5, bruit BEEM modéré). Les détails des variations spatiales des courant BEEM, barrière Schottky et transmission des électrons balistiques restent toutefois à comprendre. Plusieurs mécanismes ont été invoqués, qui doivent faire l'objet d'expériences

complémentaires.

De plus, la voie mécanique de fabrication des échantillons semble offrir des avantages par rapport à la voie technologique. Bien qu'il faille ressortir l'échantillon à l'air après dépôt de la diode Schottky, ce qui entraîne une pollution supplémentaire de la surface, la voie mécanique est plus simple à mettre en oeuvre et a donné les meilleurs résultats de hauteur de barrière et de transmission que nous ayons obtenus. Ceci peut s'expliquer par le fait que, dans la voie technologique, la qualité de la préparation de surface au fond de la fenêtre ne soit pas encore totalement maîtrisée.

En ce qui concerne les échantillons réalisés sur GaAs (toujours par évaporation), nous avons constaté une barrière Schottky systématiquement plus haute que sur Si, comme attendu d'après la littérature. Cependant, les valeurs de transmission sont faibles (de l'ordre de 0.1), malgré la prise en compte de la masse effective différente pour GaAs. Nous voyons plusieurs explications possibles à cela :

- la statistique pour les échantillons GaAs est faible ;
- les dépôt Au/GaAs n'ont pas été réalisés dans les meilleures conditions de propreté (vide secondaire pour l'échantillon *C*) ;
- le modèle théorique que nous avons adopté est peut-être trop simple (seule la masse effective diffère entre les deux semiconducteurs).

Le bruit BEEM est modéré, sauf pour l'échantillon qui a fait l'objet de plusieurs évaporations successives de différents matériaux. C'est un point important, que nous devons vérifier tout d'abord et comprendre afin d'en éviter les conséquences.

## 3.2 Echantillons magnétiques

Cette partie présente des résultats sur des échantillons comportant des couches magnétiques. Ces échantillons ont été élaborés en dernier lieu, et il convient de regarder les résultats obtenus comme préliminaires.

### 3.2.1 Fabrication

Pour fabriquer un échantillon BEMM, on part d'un échantillon non magnétique (Au/substrat-SC) sur lequel on fait croître un empilement de couches magnétiques et non-magnétiques. Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre 1, le contraste BEMM est obtenu par la mesure de la dépendance du signal face arrière avec les orientations relatives de l'aimantation des deux couches magnétiques. L'effet mesuré est similaire à la magnéto-résistance géante pour les électrons chauds injectés par la pointe STM. La pointe

STM n'est pas magnétique, il faut donc former une vanne de spin dans l'empilement de couches métalliques de l'échantillon.

Prenons l'exemple d'un échantillon comportant des couches magnétiques de cobalt. Après croissance de l'Au/SC qui forme la barrière Schottky, on dépose une fine couche de Cu ( $\sim 1$  nm) sur laquelle on dépose la première couche de Co. En effet, la croissance de cobalt sur cuivre est plus 2D que sur l'or [55]. L'étape suivante est le dépôt d'une couche espaceur de Cu ( $\sim 4$  nm) qui découple magnétiquement les deux couches de Co. Le rôle de l'espaceur est très important. Si les deux couches magnétiques sont couplées l'une à l'autre par échange, leur domaines magnétiques auront un à un la même orientation, ce qui ne donnera aucun contraste en BEMM. Dans le cas de multicouches Co/Cu déposées par pulvérisation, un couplage antiferromagnétique maximal entre couches de Co a été vu pour des épaisseurs de Cu de 0.9, 2.0 et 3.5 nm [56], avec un couplage ferromagnétique entre ces valeurs. Pour des dépôts par évaporation sur des monocristaux (001), les épaisseurs sont de 1.2, 2.1 et 3.1 nm [55]. Dans tous les cas, le couplage décroît comme le carré de l'épaisseur de cuivre, de telle manière qu'avec 4 nm de cuivre il devient très faible. La deuxième couche de Co est ensuite déposée avant de finir par la couche de protection de Cu, qui permet d'éviter une oxydation de la couche magnétique, par exemple si l'échantillon est sorti de la chambre pour des mesures magnétiques ex situ.

On peut contrôler l'épaisseur des deux couches de cobalt et ainsi varier leur champ coercitif. Cela peut se faire aussi en déposant deux couches magnétiques de duretés différentes (Co et permalloy par exemple). Mais comme nous ne disposons que d'un évaporateur à trois sources, cette solution n'est pas possible.

Tous ces dépôts sont effectués à l'aide de l'évaporateur ultra-vide de la chambre de préparation, à une pression de base de quelques  $10^{-10}$  mbar. L'avantage de notre évaporateur triple est que l'on peut avoir une charge d'or, une de cuivre et une autre de cobalt et ainsi enchaîner les dépôt en un temps très court sans modifier les conditions de vide de la chambre.

### 3.2.2 Caractérisation magnétique

Afin de valider l'obtention des conditions nécessaires à la mesure d'un contraste magnétique, nous avons procédé à la caractérisation des échantillons magnétiques produits. En particulier, des échantillons test de couches magnétiques déposées sur un substrat de silicium on été caractérisés par magnétométrie optique Kerr et par SQUID. Les différents résultats de ces expériences sont présentés ici.

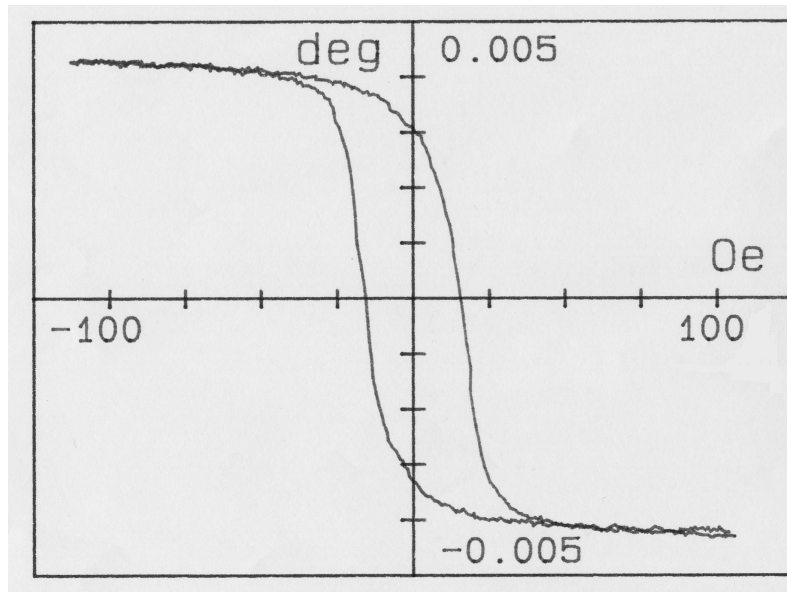


FIG. 3.46: Courbe d'hystérésis mesurée par magnétométrie optique à effet Kerr longitudinal (spot  $1 \text{ mm}^2$ ). Echantillons  $\text{Cu}_{5\text{nm}} / \text{Co}_{4\text{nm}} / \text{Cu}_{4\text{nm}} / \text{Co}_{2\text{nm}} / \text{Cu}_{1\text{nm}} / \text{Au}_{4.9\text{nm}} / \text{Si-H}$

### Magnétométrie Kerr

La technique de magnétométrie optique Kerr est décrite dans le chapitre 2. Cette technique présente des avantages certains par rapport aux mesures SQUID. Elle ne nécessite pas de transfert d'hélium, un spectre est acquis en quelques minutes, la plus grande difficulté étant de régler le banc optique à la mise en place de l'échantillon.

La figure 3.46 est une mesure, par effet Kerr longitudinal, de l'aimantation des couches de Co d'un échantillon  $\text{Cu}_{5\text{nm}} / \text{Co}_{4\text{nm}} / \text{Cu}_{4\text{nm}} / \text{Co}_{2\text{nm}} / \text{Cu}_{1\text{nm}} / \text{Au}_{4.9\text{nm}} / \text{Si-H}$  en fonction du champ magnétique appliqué. On fait varier le champ entre -100 et 100 Oe, ce qui retourne l'aimantation des couches magnétiques. La taille du faisceau laser est de 1 mm sur l'échantillon. La courbe d'hystérésis obtenue donne un champ coercitif de  $\sim 15$  Oe. Par contre, on ne distingue pas de comportement différent pour les deux couches magnétiques.

### SQUID

Les échantillons magnétiques fabriqués par évaporation ultra-vide ont aussi été caractérisés par la technique SQUID qui est brièvement présentée

dans le chapitre 2. Cette méthode nous permet de mesurer l'aimantation absolue d'un échantillon magnétique soumis à un champ variable et cela à différentes températures (de 4.2 K à l'ambiante).

Sur la figure 3.47 on montre une courbe de SQUID prise à 300 K sur un échantillon magnétique (empilement Cu / Co / Cu / Co / Cu / Au / Si). Le moment magnétique (en emu) est tracé en fonction du champ magnétique appliqué. Dans un premier temps, nous avons effectué les mesures sur l'ensemble du dépôt des couches magnétiques (fig. 3.47). Le dépôt est non homogène avec une tache d'évaporation dont la largeur à mi-hauteur est de 8 mm. On aperçoit deux petits sauts sur la courbe d'hystérésis. Cela peut s'interpréter par le fait que les deux couches magnétiques se retournent indépendamment l'une de l'autre à des champs différents. Cependant la valeur du saut n'est pas du tout en accord avec ce que l'on attend quand on considère les épaisseurs respectives des couches de Co.

Dans un deuxième temps, nous avons découpé l'échantillon pour ne mesurer que la partie centrale du dépôt ( $3 \times 6 \text{ nm}^2$ ), présentant a priori un empilement des couches aux épaisseurs voulues, sans discontinuité et granularité. La courbe de la figure 3.48 est une mesure SQUID à 300 K sur cet échantillon découpé. Les sauts dans l'aimantation sont bien plus importants que précédemment et cet hystérésis est vraiment la preuve que les deux couches magnétiques, que nous avons fait croître avec notre évaporateur, sont découplées et se retournent indépendamment avec des champs coercitifs différents. La valeur du saut est aussi en accord avec celle attendue pour les épaisseurs de Co déposées. Par contre, le retournement de l'aimantation de la couche épaisse est extrêmement progressif (plusieurs centaines d'Oe).



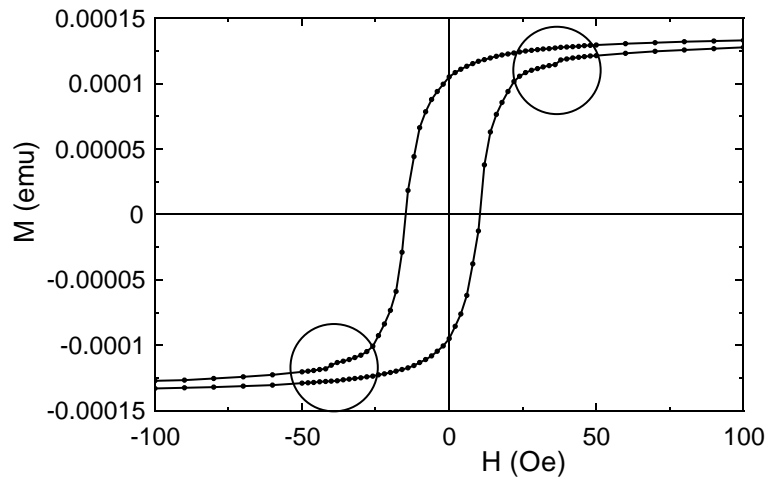


FIG. 3.47: Mesure SQUID (à 300 K) du moment magnétique d'un échantillon de couches déposées par évaporation ultra-vide. Empilement  $\text{Cu}_{5\text{nm}} / \text{Co}_{4\text{nm}} / \text{Cu}_{4\text{nm}} / \text{Co}_{2\text{nm}} / \text{Cu}_{1\text{nm}} / \text{Au}_{4.9\text{nm}} / \text{Si-H}$ . Les deux sauts dans l'aimantation marqués par les ronds sur la courbe, représentent le découplage des deux couches de Co. Mesure effectuée à des champs maximum de 1000 Oe.

#### Mesure SQUID sur W2(4,7)

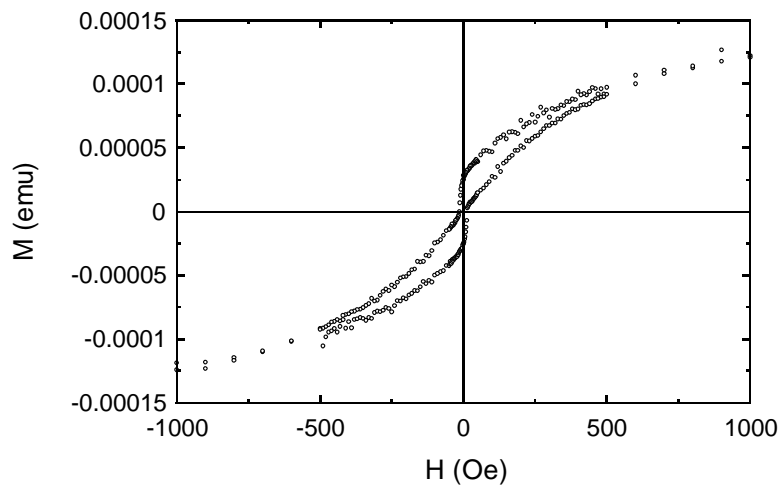


FIG. 3.48: Mesure SQUID (à 300 K) du moment magnétique du même échantillon que celui de la figure 3.47 mais découpé pour n'avoir que la partie centrale du dépôt ( $3 \times 6 \text{ nm}^2$ ) afin de ne mesurer que les couches dont l'empilement et l'épaisseur sont ceux voulus pour le BEMM.

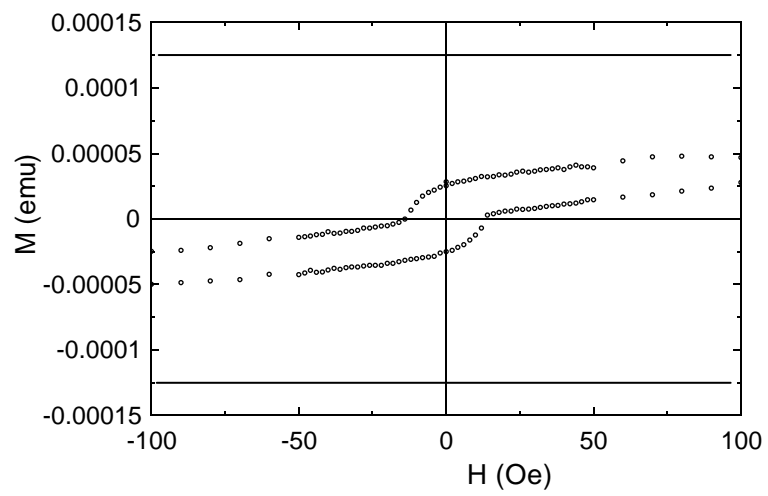


FIG. 3.49: Zoom sur la partie centrale du cycle SQUID de la figure 3.48. Les lignes horizontales indiquent le moment magnétique atteint au champ maximum (1000 Oe). La couche fine, représentant un tiers du signal magnétique se retourne rapidement. Les deux autres tiers du signal évoluent très lentement en champ.

### 3.2.3 Mesures BEEM sur échantillons magnétiques

Les mesures ont été présentées plus haut (échantillon  $G(GaAs/Au8.5\text{-}evap)$ ). Ce seul échantillon magnétique n'a pas permis d'estimer la longueur d'atténuation des électrons balistiques dans un métal magnétique (ici le cobalt) du fait de la trop grande dispersion de la transmission entre différents points de l'échantillon.

### 3.2.4 Qu'attend-t-on des mesures BEMM ?

Comme nous l'avons vu précédemment, la mesure d'un signal BEMM répond aux mêmes contraintes que celle d'un signal BEEM. De plus, nous devons pouvoir être capables de distinguer le contraste purement magnétique dans le signal global. Autant il était intéressant d'observer des non-uniformités dans la hauteur de barrière ou dans l'épaisseur de la base en BEEM, ce qui donnait un fort contraste et des grandes différences de comportement dans les spectres, autant la technique BEMM demande que tous ces effets soient réduits le plus possible. L'échantillon BEMM idéal comporte une barrière Schottky la plus uniforme possible et une croissance des couches métalliques plane, sans variation d'épaisseur ni de composition, rugosité, charge électrique, pouvant entraîner un trop fort contraste non magnétique.

La Fig. 3.50 montre un schéma typique de transport d'électrons balistiques dans une vanne de spin. Le calcul a pris comme hypothèses des longueurs d'atténuation  $\lambda_{\uparrow}^{Co} = 2$  nm,  $\lambda_{\downarrow}^{Co} = 0.8$  nm [38] et  $\lambda^{Cu} = 10$  nm. La transmission  $T$  de ce type de base sera donc de l'ordre de 1%. Il sera possible de faire dans ces conditions des images BEMM, comme montré par exemple avec l'échantillon  $F(Si/Au5\text{-}pulvé)$  qui présente  $T = 1.5\%$ .

Pour atteindre ce but toutefois, la forte augmentation du bruit BEEM et la disparition de ce signal après évaporation de ce type de vanne de spin avec Co et Cu, constatée jusqu'ici sur un échantillon, devra être maîtrisée.

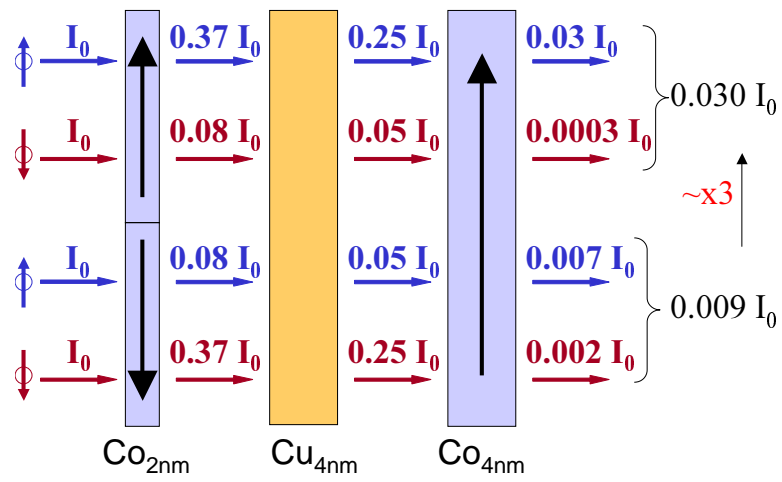


FIG. 3.50: Estimation des courants balistiques et du contraste BEMM entre une région où les deux couches sont orientées parallèles (P) et une région où elles sont anti-parallèles (AP). Le signal mesuré en configuration P est 3 fois plus grand que celui en configuration AP. Le calcul ne prend en compte que le terme d'atténuation en volume pour les électrons balistiques. Les longueurs d'atténuation dépendant du spin sont données dans le texte.

# Conclusion

Ce travail a consisté à développer une microscopie tunnel à électrons balistiques (BEEM) dont l'application finale est l'obtention d'un dispositif d'étude d'objets magnétiques, à l'échelle du nanomètre (imagerie de domaines et de nanostructures magnétiques). Cette technique a déjà prouvé être d'une grande utilité pour la mesure des propriétés électroniques de fines couches métalliques ainsi que d'interfaces métal/semiconducteur. Nous démontrons dans ce manuscrit que notre technique BEEM fonctionne et a donné de nombreux résultats d'imagerie et de spectroscopie.

Nous avons commencé dans le chapitre 1, par une description de la microscopie BEEM et de sa variante magnétique, la microscopie magnétique à électrons balistiques (BEMM). Il a ensuite été présentée une formulation poussée de calculs de spectres macroscopiques  $I(V)$  et de spectres BEEM  $I_B(V)$  qui se révèle très efficace pour l'analyse des données expérimentales.

Les calculs de spectres  $I(V)$  macroscopiques sont tirés d'un modèle classique de thermoémission des électrons au dessus de la barrière Schottky. Ces spectres et leur analyse permettent, avant toute mesure microscopique, de connaître les caractéristiques importantes d'un échantillon BEEM, à savoir, la hauteur de barrière Schottky, le facteur d'idéalité de la diode et, paramètre essentiel pour notre technique, la résistance à tension nulle de la jonction Schottky. Il est très utile de comprendre et de tirer le maximum d'informations de cette analyse macroscopique, quand on connaît les contraintes expérimentales imposées par la manipulation et l'étude d'échantillons sous ultra-vide. En réalité, beaucoup de diodes n'ont pas passé cette première étape.

Les fonctions d'ajustement des spectres BEEM ont été calculées à partir d'un modèle publié par les pionniers de la technique, Bell et Kaiser (modèle BK). Notre approche a consisté à présenter ce calcul dans ses différents stades de raffinement, jusqu'à obtenir le modèle de Ludeke-Priestsch, qui est suffisamment abouti pour l'analyse des données expérimentales. Le mo-

dèle BK prend en compte le filtrage en énergie des électrons qui, passant de la pointe à la base par effet tunnel, doivent ensuite surmonter la barrière Schottky. Dans le cas d'une interface suffisamment plane, les électrons sont aussi sélectionnés selon leur vecteur d'onde parallèle au plan de l'interface. Ceci est dû au fait que la masse effective électronique n'est pas la même dans le métal et le semiconducteur. Cette deuxième contrainte réduit encore le nombre d'états électroniques que l'on intègre pour le calcul du courant BEEM. A ce stade, nous avons qualifié ce modèle de "blanc", par différence avec un modèle dit "coloré" qui considère, en plus, la dépendance en énergie de la probabilité de passage tunnel sous l'énergie de Fermi de la pointe. Cette "coloration" aboutit à un résultat d'intensité de courant BEEM plus compatible avec ceux des spectres expérimentaux.

Le chapitre 2 a décrit en détail le dispositif expérimental et les différentes techniques utilisées lors de ce travail. La fabrication de contacts ohmiques ainsi que l'obtention d'un fonctionnement stable des évaporateurs ultra-vide sont des étapes qui nous ont demandé beaucoup de temps. La mise au point d'un processus chimique adapté à la préparation de surface des substrats de silicium et le travail de salle blanche pour mener à bien les étapes technologiques sont aussi exposés.

Nous avons présenté dans le chapitre 3 l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus sur les échantillons de microscopie BEEM. Il est tout d'abord décrit les difficultés expérimentales à surmonter pour se placer dans les bonnes conditions de mesure. Les résultats de mesures  $I(V)$  macroscopiques sont ensuite exposés. Les échantillons fabriqués par pulvérisation cathodique ont révélé une hauteur de barrière mesurée par  $I(V)$  plus faible ( $\approx 0.6$  eV) que ceux fabriqués par évaporation ultra-vide ( $\approx 0.7$  eV). Pour ces mesures, seules les diodes dont le facteur d'idéalité ne dépassait pas 1.1 ont été retenues.

Les mesures microscopiques effectuées sur les échantillons BEEM ont montré l'obtention de différents contrastes sur le signal des électrons balistiques. Certains sont nettement liés à une atténuation des électrons chauds par effet d'épaisseur de la couche métallique alors que d'autres contrastes proviennent d'effets dont l'origine est moins évidente. Nous en avons proposé l'explication suivante : l'interface Au/Si de certaines zones des échantillons pourrait être polluée par des espèces chimiques différentes (de Si et de Au) ce qui modifierait totalement les conditions de passage des électrons au niveau de la barrière Schottky. A nouveau, les résultats BEEM obtenus montrent que les échantillons fabriqués par évaporation ultra-vide présentent

de meilleures caractéristiques que ceux faits par pulvérisation cathodique : hauteur de barrière plus élevée, transmission de la couche métallique plus grande, bruit réduit, et un signal à vide plus faible (lié à la résistance à tension nulle).

Les résultats indiquent par ailleurs que la préparation de la surface au fond de la fenêtre définie par voie technologique doit être améliorée afin d'atteindre la qualité obtenue sur un substrat de silicium nu.

L'objectif de ce travail était la mise au point d'une microscopie magnétique à électrons balistiques (BEMM). Il était cependant essentiel de bien comprendre et maîtriser la technique non-magnétique avant de passer à la technique magnétique. Nous avons commencé par mettre au point les dépôts par évaporation ultra-vide de métaux magnétiques. Nous avons ensuite caractérisé ces premiers échantillons test. Les résultats de mesures de magnétométrie par effet Kerr et de SQUID sont encourageants mais de nouvelles expériences sont nécessaires.

Enfin, la détermination des longueurs d'atténuation pour les électrons chauds dans le cobalt (matériau magnétique utilisé) était prévue dans l'étude de l'échantillon *G*. Toutefois, la très grande dispersion des valeurs de transmission pour les électrons balistiques dans cet échantillon n'a pas permis d'aboutir à une conclusion satisfaisante.

Du point de vue des perspectives envisagées, des améliorations instrumentales apportées à la technique sont prévues. La dépendance exponentielle en fonction de  $\Phi_B/k_B T$  de la résistance à tension nulle d'une diode Schottky permettrait, en abaissant modérément la température de l'échantillon (quelques dizaines de degrés), d'améliorer notablement les conditions de mesure BEEM. En ce qui concerne la croissance des couches d'or, la valise ultra-vide, en cours de montage sur le site d'Orsay, donnera la possibilité de transporter les substrats pour y pratiquer des dépôts basse température. L'ajout d'un champ magnétique "in situ" contrôlable pour renverser l'aimantation des couches magnétiques des échantillons BEMM est aussi prévu. Enfin, à plus long terme, il serait très utile d'installer, dans la chambre du microscope, un "doigt" de contact face-avant pour relier électriquement au potentiel de contrôle, les zones sondées par la pointe STM. Ceci nous éviterait de ressortir l'échantillon à l'air pour la soudure des contacts, et rendre ainsi la voie mécanique totalement propre.

Pour ce qui est de l'étude d'autres systèmes hybrides, métaux / semi-conducteurs, une voie de fabrication nous apparaît tout à fait prometteuse :

Fe/GaAs. En effet, une collaboration est déjà engagée pour obtenir des échantillons de couches de fer épitaxiées sur arséniure de gallium. La hauteur de barrière Schottky de ce couple est assez élevée (0.76 eV), la qualité de la croissance de la couche métallique serait grandement améliorée et celle-ci ferait aussi office de première couche magnétique. Il faudra toutefois là aussi faire attention à la présence de phases parasites qui peuvent être stables à l'interface (comme  $\text{Fe}_3\text{GaAs}$ ) [57]. De plus, pour les échantillons sur GaAs, la raison des faibles transmissions BEEM mesurées, qui se rajoutent à la faiblesse de la transmission intrinsèque du courant balistique (effet de masse effective) devra là encore être comprise.



# Bibliographie

- [1] W. J. Kaiser et L. D. Bell. “Direct Investigation of Subsurface Interface Electronic Structure by Ballistic-Electron-Emission Microscopy”. *Phys. Rev. Lett.* **60**, 1406 (1988).
- [2] G. Binnig et H. Rohrer. “Scanning tunneling microscopy”. *Helv. Phys. Acta* **55**, p. 726–735 (1982).
- [3] G. Binnig et H. Rohrer. “Scanning tunnelling microscopy”. *Surface Science* **126**, p. 236–244 (1982).
- [4] W. H. Rippard et R. A. Buhrman. “Ballistic electron magnetic microscopy : Imaging magnetic domains with nanometer resolution”. *Appl. Phys. Lett.* **75**, 1001 (1999).
- [5] C.J. Chen. *Introduction to scanning tunneling microscopy* (Oxford University Press, New York, 1993).
- [6] H.-J. Güntherodt et R. Wiesendanger (réds.). *Scanning tunneling microscopy I* (Springer, Berlin, 1993).
- [7] R. Wiesendanger et H.-J. Güntherodt (réds.). *Scanning tunneling microscopy III* (Springer, Berlin, 1993).
- [8] M. Prietsch. “Ballistic-electron emission microscopy (BEEM) : studies of metal/semiconductor interfaces with nanometer resolution”. *Phys. Rep.* **253**, 163 (1995).
- [9] V. Narayanamurti et M. Kozhevnikov. “Beem imaging and spectroscopy of buried structures in semiconductors”. *Physics Reports* **349**, p. 447–514 (2001).
- [10] P.L. de Andres, F.J. Garcia-Vidal, K. Reuter et F. Flores. “Theory of ballistic electron emission microscopy”. *Progress in Surface Science* **66**, p. 3–51 (2001).
- [11] L. D. Bell et W. J. Kaiser. “Observation of Interface Band Structure by Ballistic-Electron-Emission Microscopy”. *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2368 (1988).

- [12] A. Messiah. *Mécanique quantique* (Dunod, Paris, 1959).
- [13] J.G. Simmons. “Generalized formulas for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film”. *J. Appl. Phys.* **34**, p. 1793–1803 (1963).
- [14] A. Sommerfeld et H. Bethe. *Handbuch der Physik*, t. 24/2 (Julius Springer, Berlin, 1933).
- [15] R. Holm. “The electric tunnel effect across thin insulator films in contacts”. *J. Appl. Phys.* **22**, p. 569–574 (1951).
- [16] C. Cohen-Tannoudji, B. Diu et F. Laloë. *Mécanique quantique* (Hermann, Paris, 1973).
- [17] J. Bardeen. “Tunneling from a many-particle point of view”. *Phys. Rev. Lett.* **6**, p. 57–59 (1961).
- [18] J. Tersoff et D.R. Hamann. “Theory of the scanning tunneling microscope”. *Phys. Rev. B* **31**, p. 805–813 (1985).
- [19] C. Noguera. “Spectroscopic information in scanning tunneling microscopy”. Dans R. Wiesendanger et H.-J. Güntherodt (réds.), “Scanning tunneling microscopy III”, (Springer, Berlin, 1993).
- [20] S. M. Sze. *Physics of Semiconductor Devices* (Wiley, New York, 1981), 2<sup>e</sup> éd.
- [21] M.T. Cuberes, A. Bauer, H.J. Wen, D. Vandr e, M. Prietsch et G. Kaindl. “Ballistic electron emission microscopy on the Au/n-Si(111) 7x7 interface”. *J. Vac. Sci. Technol. B* **12**, p. 2422–2428 (1994).
- [22] D.L. Smith et Sh. M. Kogan. “Theory of ballistic electron emission microscopy of buried semiconductor heterostructure”. *Phys. Rev. B* **54**, p. 10354–10357 (1996).
- [23] A. Bauer et R. Ludeke. “Direct determination of impact ionization quantum yield in Si by ballistic electron emission microscopy”. *Phys. Rev. Lett.* **72**, p. 928–931 (1994).
- [24] M. Hehn, F. Montaigne et A. Schuhl. “Hot-electron three-terminal devices based on magnetic tunnel junction stacks”. *Phys. Rev. B* **66**, 144411 (2002).
- [25] F. Montaigne, M. Hehn et A. Schuhl. “Tunnel barrier parameters and magnetoresistance in the parabolic band model”. *Phys. Rev. B* **64**, 144402 (2001).
- [26] L.D. Bell. “Evidence of momentum conservation at a nonepitaxial metal/semiconductor interface using ballistic electron emission microscopy”. *Phys. Rev. Lett.* **77**, p. 3893–3896 (1996).

- [27] T. Meyer, H. Sirringhaus et H. von Känel. “Studying interfaces on a nm scale by BEEM”. *Thin Solid Films* **318**, p. 195–200 (1998).
- [28] H. Sirringhaus, E.Y. Lee et H. von Känel. “Hot carrier scattering at interfacial dislocations observed by ballistic electron emission microscopy”. *Phys. Rev. Lett.* **73**, p. 577–580 (1994).
- [29] M. Dähne-Prietsch et T. Kalka. “Hot electron transport processes in ballistic electron emission microscopy at Au-Si interfaces”. *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **109**, p. 211–222 (2000).
- [30] D.L. Smith, E.Y. Lee et V. Narayanamurti. “Ballistic electron emission microscopy for nonepitaxial metal/semiconductor interfaces”. *Phys. Rev. Lett.* **80**, p. 2433–2436 (1998).
- [31] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich et J. Chazelas. “Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices”. *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2472 (1988).
- [32] I.A. Campbell et A. Fert. *Ferromagnetic materials* (North Holland, Amsterdam, 1982).
- [33] D.J. Monsma, J.C. Lodder, Th.J.A. Popma et B. Dieny. “Perpendicular hot electron spin-valve effect in a new magnetic field sensor : The spin valve Transistor”. *Phys. Rev. Lett.* **74**, p. 5260–5263 (1995).
- [34] R. Jansen. “The spin-valve transistor : a review and outlook”. *J. Phys. D : Appl. Phys.* **36**, p. R289–R308 (2003).
- [35] K. Mizushima, T. Kinno, T. Yamauchi et K. Tanaka. “Energy-dependent hot electron transport across a spin-valve”. *IEEE transactions on magnetics* **33**, p. 3500–3504 (1997).
- [36] R. Sato et K. Mizushima. “Spin-valve transistor with an Fe/Au/Fe(001) base”. *Appl. Phys. Lett.* **79**, 1157 (2001).
- [37] Sebastiaan van Dijken, Xin Jiang et Stuart S. P. Parkin. “Spin-dependent hot electron transport in  $Ni_{81}Fe_{19}$  and  $Co_{84}Fe_{16}$  films on GaAs(001)”. *Phys. Rev. B* **66**, 094417 (2002).
- [38] W. H. Rippard et R. A. Buhrman. “Spin-Dependent Hot Electron Transport in Co/Cu Thin Films”. *Phys. Rev. Lett.* **84**, 971 (2000).
- [39] R. Vlutters, O.M.J. van ’t Erve, S.D. Kim, R. Jansen et J.C. Lodder. “Interface, volume and thermal attenuation of hot electron spins in  $Ni_{80}Fe_{20}$  and Co”. *Phys. Rev. Lett.* **88**, 027202 (2002).
- [40] H.J. Drouhin, A.J. van der Sluijs, Y. Lassailly et G. Lampel. “Spin-dependent transmission of free electrons through ultrathin cobalt layers”. *J. Appl. Phys.* **79**, p. 4734–4739 (1996).

- [41] G. Schönhense et H.C. Siegmann. “Transmission of electrons through ferromagnetic material and applications to detection of electron-spin polarization”. *Ann. Phys. (Leipzig)* **2**, p. 465–474 (1993).
- [42] A. Filipe, H.J. Drouhin, G. Lampel, Y. Lassailly, J. Nagle, J. Peretti, V.I. Safarov et A. Schuhl. “Spin-dependent transmission of electrons through the ferromagnetic metal base of a hot-electron transistorlike system”. *Phys. Rev. Lett.* **80**, p. 2425–2428 (1998).
- [43] R. Heer, J. Smoliner, J. Bornemeier et H. Brückl. “Ballistic electron emission microscopy on spin valve structures”. *Appl. Phys. Lett.* **85**, p. 4388–4390 (2004).
- [44] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber et E. Weibel. “Surface studies by scanning tunneling microscopy”. *Phys. Rev. Lett.* **49**, p. 57–61 (1982).
- [45] T. Yasaka, K. Kanda, K. Sawara, S. Miyazaki et M. Hirose. “Chemical stability of HF-treated Si(111) surfaces”. *Jap. J. Appl. Phys.* **30**, p. 3567–3569 (1991).
- [46] D. Gräf, M. Grundner, R. Schulz et L. Mühlhoff. “Oxidation of HF-treated Si wafer surfaces in air”. *J. Appl. Phys.* **68**, p. 5155–5161 (1990).
- [47] G.S. Higashi, R.S. Becker, Y.J. Chabal et A.J. Becker. “Comparison of Si(111) surfaces prepared using aqueous solutions of  $\text{NH}_4\text{F}$  versus HF”. *Appl. Phys. Lett.* **58**, p. 1656–1658 (1991).
- [48] C. Grupp et A. Taleb-Ibrahimi. “Au/H :Si(111)-(1x1) interface versus Au/Si(111)-(7x7)”. *Phys. Rev. B* **57**, p. 6258–6261 (1998).
- [49] B. Carrière, J.P. Deville et A. El Maachi. “Ion beam induced amorphization of silicon surfaces : role on the formation of Au/Si(100) interfaces”. *Surface Sci.* **168**, p. 149–157 (1986).
- [50] P. Niedermann, L. Quattropani, K. Solt, A.D. Kent et O. Fischer. “Ballistic electron emission microscopy study of PtSi/n-Si(100) diodes”. *J. Vac. Sci. Technol. B* **10**, p. 580–585 (1992).
- [51] A.A. Talin, R.S. Williams, B.A. Morgan, K.M. Ring et K.L. Kavanagh. “Lateral variation in the Schottky barrier height of Au/PtSi/(100)Si diodes”. *J. Vac. Sci. Technol. B* **12**, p. 2634–2638 (1994).
- [52] Y. Hasegawa, K. Akiyama, M. Ono, S.J. Kahng, Q.K. Xue, K. Nakayama, T. Hashizume et T. Sakurai. “Erasable nanometer-scale modification at the Au/Si interface by ballistic electron emission microscopy”. *Appl. Phys. Lett.* **75**, p. 3668–3670 (1999).
- [53] R. Ludeke, M.T. Cuberes et E. Cartier. “Local transport and trapping issues in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gate oxide structures”. *Appl. Phys. Lett.* **76**, p. 2886–2888 (2000).

- [54] O. Kurnosikov, J.E.A. de Jong, H.J.M. Swagten et W.J.M. de Jong. “Direct observation of hot electron transport through  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tunnel junctions”. *Appl. Phys. Lett.* **80**, p. 1076–1078 (2004).
- [55] Z.Q. Qiu, J. Pearson et S.D. Bader. “Oscillatory interlayer magnetic coupling of wedged Co/Cu/Co sandwiches grown on Cu(100) by molecular beam epitaxy”. *Phys. Rev. B* **46**, p. 8659–8662 (1992).
- [56] D.H. Mosca, F. Petroff, A. Fert, P.A. Schroeder, W.P. Pratt, R. Loloé et S. Lequien. “Oscillatory interlayer coupling and giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers”. *J. Magn. Magn. Mater.* **94**, p. L1–L5 (1991).
- [57] B. Lépine, C. Lallaizon, P. Schieffer, A. Guivarc’h, G. Jézéquel, A. Rocher, F. Abel, C. Cohen, S. Députier et F. Nguyen Van Dau. “ $\text{Fe}_3\text{GaAs}/\text{GaAs}(001)$  : a stable and magnetic metal-semiconductor heterostructure”. *Thin Solid Films* **446**, p. 6–11 (2004).