



HAL
open science

**Optimisation de l'épitaxie sous jets moléculaires
d'hétérostructures à base de GaN : application aux
transistors à haute mobilité d'électrons sur substrat
silicium**

Nicolas Baron

► **To cite this version:**

Nicolas Baron. Optimisation de l'épitaxie sous jets moléculaires d'hétérostructures à base de GaN : application aux transistors à haute mobilité d'électrons sur substrat silicium. Physique [physics]. Université Nice Sophia Antipolis, 2009. Français. NNT : . tel-00451937

HAL Id: tel-00451937

<https://theses.hal.science/tel-00451937>

Submitted on 1 Feb 2010

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

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

UNIVERSITE DE NICE-SOPHIA ANTIPOLIS - U.F.R. SCIENCES
Ecole Doctorale de Sciences Fondamentales et Appliquées

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR en SCIENCES
de l'UNIVERSITE DE NICE-SOPHIA ANTIPOLIS
Discipline : Physique

Présentée et soutenue par
Nicolas BARON

Optimisation de l'épitaxie sous jets moléculaires d'hétérostructures à base de GaN : application aux transistors à haute mobilité d'électrons sur substrat silicium

Thèse dirigée par **Yvon CORDIER**

Soutenue le 23 septembre 2009 à 10h

Jury :

Guy Feuillet	Rapporteur	LETI - CEA
Didier Théron	Rapporteur	IEMN - CNRS
Borge Vinter	Examineur	Université de Nice Sophia Antipolis
Bruno Gérard	Examineur	Alcatel-Thales III-V Lab
Mark Kennard	Examineur	Picogiga
Yvon Cordier	Directeur de thèse	CRHEA - CNRS

Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications CRHEA – CNRS
Rue Bernard Gregory, 06560 Valbonne (Sophia Antipolis)

Picogiga International
Place Marcel Rebuffat, Parc de Villejust, 91971 Courtaboeuf Cedex

Pour leur aide et leur expérience précieuses.
Sans eux ce travail n'aurait pu aboutir

Yvon Cordier
Fabrice Semond
Hacène Lahrèche
Eric Freyssinet
Jean-Christophe Moreno
Jean-Michel Chauveau
Philippe Venneguès
Mathieu Leroux
Stéphane Vézian
Franck Natali
Sylvain Joblot
Mohamed Azize
Martin Jouk
Philippe Bove
Jean Massies
Borge Vinter

Pour leur aide précieuse en caractérisations
structurales, optiques, électriques

Sébastien Chenot
Philippe Venneguès
Olivier Tottereau
Maud Nemoz
Sophie Laügt
Luan Nguyen
Monique Teisseire

Pour tous les bons moments partagés
et le bonheur que vous m'avez apporté

Eric Freyssinet
Jean-Christophe Moreno
Sylvain Sergent
Sébastien Chenot
Jesus Zúñiga-Pérez
Benjamin Damilano
Stéphane Vézian
Mohamed Al Khalfioui
Jean-Michel Chauveau
Hyonju Chauveau
Julien Brault
Blandine Alloing
Pierre Demelon
Aimeric Couville
Martin Jouk
Zhi Cao
Maxim Hugues
Sylvain Joblot
Mohamed Azize
Franck Natali

Pour leur grande disponibilité, leur soutien
et leurs conseils quotidiens

Yvon Cordier
Hacène Lahrèche

Pour m'avoir offert le cadre nécessaire
au bon déroulement de la thèse

Jean-Yves Duboz
Jean-Luc Ledys

Merçi

Pour leur soutien quotidien
et pour avoir cru en moi

Mes parents et mes sœurs
Ma princesse Véro, ses parents
Mes amis

Aux ITA sans qui les
réacteurs d'épitaxie auraient
du mal à tomber en marche

Denis Lefebvre
Boris Poulet
Isabelle Hoffmann-Rothe
Emmanuel Beraudo

A tous ceux qui m'ont aidé et
soutenu à Picogiga/Soitec

Hacène Lahrèche
Philippe Bove
Arnaud Wilk
Hassan Ghouli
Melania Lijadi
Daniel Da Cruz
Olivier Bagot
Laurent Naïm
Françoise Navarre
Laurent Marguerite
Robert Langer
Mark Kennard
Esther Maîtrejean

A l'équipe Electro

Thierry Chassagne
Marc Portail
Marcin Zielinski
Magdalena Chmielowska

Pour leur aide

Anne-Marie Galiana
Isabelle Cerutti
Michèle Pefferkorn
Eric Drezet
Patrick Chalbet
Nourredine Slama

Petite pensée pour les futurs
docteurs. Bon courage !

Jean-Christophe Moreno
Pierre Demelon
Thomas Huault
Zhi Cao
Martin Jouk
Maxim Korytov

Le bonheur c'est de tendre vers lui

(Nicolas Baron)

A mes parents et à mes sœurs

A ma princesse

Table des matières

Introduction générale.....	1
-----------------------------------	----------

Chapitre I – Les nitrures d’éléments III

<i>I. Les nitrures d’éléments III.....</i>	<i>9</i>
I1. Propriétés.....	9
I11. Propriétés cristallines	9
I12. Structure de bande et propriétés optiques.....	12
I13. Propriétés de transport	16
I2. Hétéroépitaxie	18
I21. Substrats pour l’hétéroépitaxie	18
I22. Défauts cristallins liés à l’hétéroépitaxie.....	21
I23. Contraintes liées à l’hétéroépitaxie	22
a. Contraintes et déformations.....	22
b. Contrainte biaxiale	24
c. Contrainte thermo-élastique	25
I24. Relaxation des contraintes	27
a. Relaxation élastique	27
b. Relaxation plastique	28
c. Taux de relaxation.....	32
I25. Mesure des contraintes.....	33
a. RHEED	33
b. Courbure de l’échantillon	33
c. Diffraction des rayons X (DRX).....	34
d. Photoluminescence (PL).....	34
I3. Techniques de croissance	35
I31. L’épitaxie en phase vapeur	35
a. L’épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM).....	35
b. L’épitaxie en phase vapeur aux halogénures (EPVH)	36
I32. L’épitaxie par jets moléculaires (EJM).....	36
a. Principe	36
b. Processus physico-chimique et modes de croissance.....	38
c. Outils de contrôle de la croissance.....	40

Chapitre II – Les HEMTs (Al,Ga)N/GaN

<i>II. Les HEMTs (Al,Ga)N/GaN</i>	47
II1. Le marché des HEMTs III-N	47
II2. Principe de fonctionnement	49
II21. L'hétérostructure (Al,Ga)N/GaN.....	49
a. Polarisation.....	49
b. Gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG).....	51
c. Paramètres influençant la mobilité des électrons	55
d. L'hétérojonction (Al,In)N/GaN	57
II22. Le transistor HEMT (Al,Ga)N/GaN	58
a. Contact métal-semiconducteur	59
b. Caractéristiques statiques du transistor	60
c. Caractéristiques dynamiques du transistor	61
II23. Etat de l'art.....	66
II3. Croissance III-N sur Si(111).....	70
II31. Le choix du substrat silicium orienté (111)	70
II32. HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111).....	71
a. croissance de GaN sur substrat Si(111).....	71
b. Description de la structure HEMT de référence et des étapes clés.....	72
II4. Conclusion	77

Chapitre III – l'ingénierie de l'hétérostructure HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111)

<i>III. L'ingénierie de l'hétérostructure HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111)</i>	85
III1. Variation des conditions de croissance.....	86
III11. Impact sur les propriétés structurales	86
a. Déformation biaxiale et courbure de l'échantillon.....	86
b. Relaxation de la contrainte biaxiale	92
c. Dislocations traversantes et relaxation de la contrainte	97
d. Type de dislocation et activité électrique	101
III12. Impact sur les propriétés électriques	103
a. Gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG).....	103
b. Couche tampon	105
III13. Conclusion	107

III2. Les paramètres clés de la croissance	108
III21. La couche tampon GaN.....	108
a. La température de croissance	108
b. Croissance hybride EJM-NH ₃ /EJM-N ₂	117
c. L'épaissement du tampon GaN.....	122
d. Conclusion	124
III22. La désoxydation du substrat silicium.....	125
a. La désoxydation thermique <i>in situ</i>	125
b. La désoxydation chimique <i>ex situ</i>	126
c. Fissures enterrées et boursouflures	133
d. Conclusion	140
III23. Nucléation de l'AlN sur Si(111)	140
a. Procédure « standard » de nucléation d'AlN.....	140
b. Variantes de la procédure de nucléation d'AlN	143
c. Conclusion.....	151
III24. Dessin des couches intercalaires	151
a. Impact sur les propriétés structurales et électriques du HEMT.....	152
b. Conclusion	157
III3. Conclusion	158

Chapitre IV – L'isolation des couches tampon

IV. <i>L'isolation des couches tampon</i>	167
IV1. Le Fer comme élément accepteur.....	169
IV11. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN/Saphir.....	169
a. Procédure expérimentale.....	169
b. Interface conductrice.....	170
c. Profil du dopage Fer inadapté à une reprise d'épitaxie	171
IV12. Optimisation du profil de Fer	173
a. Couche tampon déposée sur Saphir	173
b. Caractéristiques de sortie du transistor HEMT.....	177
c. Couche tampon déposée sur Si(111)	178
IV13. Effet Hall en température.....	182
IV2. Le Carbone comme élément accepteur	184
IV21. Propriétés structurales	185
IV22. Propriétés électriques	187
a. HEMT (Al,Ga)N/GaN non dopé sur Si(111).....	189
b. HEMT (Al,Ga)N/GaN dopé Carbone sur Si(111)	190

c. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN/Si(111).....	191
IV3. Couches épaisses d'AlN	193
IV31. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN	193
IV32. Reprise d'épitaxie sur tremplin AlN	194
IV4. Conclusion.....	196

Conclusion générale et perspectives.....201

Annexes

<i>Annexe A – Outils de caractérisation.....</i>	<i>207</i>
A1. Caractérisations Structurales	207
A11. RHEED (Diffraction d'Electrons à Haute Energie en incidence Rasante).....	207
a. Principe	207
b. La reconstruction 7x7 de Si(111).....	207
A12. Rayons X (DRX)	210
a. Principe	210
b. Balayage en $\theta / 2\theta$ (le long de l'axe Qz).....	211
c. Balayage en ω ou rocking curve (perpendiculaire à l'axe Qz)	212
Détermination du tilt moyen	213
Détermination du twist moyen.....	213
d. Densité de dislocations traversantes coins	215
A13. Microscopie à Force Atomique (MFA) et Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	216
a. Densité de dislocations traversantes	216
b. Rugosité (RMS)	218
A14. Mesure de Courbure	219
a. Mesure <i>in situ</i>	219
b. Mesure <i>ex situ</i>	220
A2. Optique	221
A21. Photoluminescence (PL) et Réflectivité (R).....	221
A3. Electrique.....	224
A31. Capacité-Tension C(V).....	225
A32. Van der Pauw et Effet Hall.....	226
a. Van der Pauw	227
b. Effet Hall	228
A33. Résistance des couches tampon (R_{tampon})	230
A34. Résistance de contact (R_c)	231

A35. Transistor	233
<i>Annexe B – Procédé technologique</i>	<i>243</i>
B1. Masques	243
B11. Masque HEMT (Crhea)	243
B12. Masque RFET (Picogiga)	244
B13. Masque HEMT-SM (Crhea - Picogiga)	245
B2. Procédé technologique (CRHEA).....	248
<i>Annexe C – Préparation chimique du substrat silicium</i>	<i>253</i>
C1. Nettoyage particulaire (RCA1 ou SC-1).....	253
C2. Désoxydation (HF).....	253
<i>Annexe D – Etude des propriétés optiques du HEMT (Al,Ga)N/GaN</i>	<i>257</i>
Liste des publications	261

Glossaire

2DEG : gaz d'électrons bidimensionnel
CDMA : Code Division Multiple Access
DH-HEMT : Double Heterostructure High Electron Mobility Transistor
DRX : Diffraction des Rayons X
EJM : Epitaxie par Jets Moléculaires
EJM-N₂ : Epitaxie par Jets Moléculaires utilisant une source plasma d'azote
EJM-NH₃ : Epitaxie par Jets Moléculaires utilisant l'ammoniac comme source d'azote
EPVH : Epitaxie en Phase Vapeur aux halogénures
EPVOM : Epitaxie en Phase Vapeur aux Organo-Métalliques
GSM : Global System for Mobile Communication
HEMT : High Electron Mobility Transistor
L : Langmuir
LDMOS : Laterally Diffused MOS
LMH : Largeur à Mi-Hauteur
LMHEMT : Lattice Match High Electron Mobility Transistor
LNA : Low Noise Amplifier
Mc : Monocouche
MEB : Microscope Electronique à Balayage
MESFET : Metal Semiconductor Field Effect Transistor
MET : Microscope Electronique en Transmission
MFA : Microscope à Force Atomique
MISHEMT : Metal Insulator Semiconductor High Electron Mobility Transistor
MMIC : Microwave Monolithic Integrated Circuit
MOSHEMT : Metal Oxide Semiconductor High Electron Mobility Transistor
n.i.d. : non intentionnellement dopé
PA : Power Amplifier
PAE : Power Added Efficiency
PL : Photoluminescence
P_{sp} : Polarisation spontanée
P_{pz} : Polarisation piezoélectrique
RHEED : Reflection High Energy Electron Diffraction
RIE : Reactive Ion Etching
RMS : Root Mean Square value
SI : semi-isolant
SI-GaN : couche de GaN semi-isolante
SIMS : Secondary Ion Mass Spectroscopy
STM : Scanning Tunneling Microscope
TD : Threading Dislocations
UMTS : Universal Mobile Telecommunication System

W-CDMA : Wideband-CDMA

UMTS et W-CDMA représentent un même standard de couverture mondiale, tous deux étant une évolution du CDMA 2-2,5G. Le terme W-CDMA semble plus utilisé que le terme UMTS aux États-Unis.

WiFi : Wireless Fidelity (terme aujourd'hui étendu à toutes les normes de réseaux locaux sans fil)

Wi-LAN/PAN/MAN : Wireless Local/Personal/Metropolitan Area Network

Wi-MAX : Worldwide Interoperability for Microwave Access

(famille de normes définissant les connexions à haut-débit par voie hertzienne ; plusieurs dizaines de Mbits/s sur des rayons de couverture de quelques dizaines de kilomètres)

ZCE : Zone de Charge d'Espace

Introduction générale

I. Aspects généraux

Les matériaux semiconducteurs nitrures GaN, AlN, InN et alliages associés (composés III-N) suscitent depuis plus d'une dizaine d'années un intérêt soutenu en raison de leurs propriétés et de leur exceptionnelle robustesse. Ces matériaux grand gap offrent des largeurs de bande interdite qui s'étendent de 0,7 à 6,1 eV et permettent donc théoriquement de réaliser des émetteurs/détecteurs de lumière couvrant tout le spectre visible ainsi qu'une partie de l'ultra-violet (UV). Depuis les premiers résultats des années 90 (S. Nakamura *et al*) montrant qu'il était possible d'épitaxier du GaN de qualité convenable sur substrat saphir, des diodes électroluminescente (LEDs) et des diodes lasers (LDs) ont été réalisées. Des dispositifs à base de composés III-N sont actuellement commercialisés pour des applications de masse, notamment dans le secteur automobile, de l'éclairage et de l'affichage, ainsi que dans le stockage d'informations (lecture/écriture de DVD). Le marché de ces dispositifs optoélectroniques à base de composés III-N, estimé à ~ 4 Milliards de dollars en 2009, devrait dépasser les 5 Milliards de dollars en 2010. Il est dominé par des entreprises telles que Nichia, Lumiled, Osram, CREE ou encore Sony.

Des avancées significatives dans la synthèse des matériaux semi-conducteurs à large bande interdite permettent aujourd'hui la réalisation d'hétérostructures en vue cette fois d'applications dans le domaine des composants hyperfréquences (RF) de puissance. Un nouveau marché émerge donc dans le domaine des télécommunications avec des Transistors à Haute Mobilité Electronique (HEMT) pouvant supporter des densités de puissance 10 fois supérieures à celles accessibles avec les filières actuelles (silicium et arséniure de gallium), ainsi que des fréquences de coupure supérieures à 100 GHz. Ces structures HEMTs sont indispensables pour répondre aux besoins croissants des systèmes de communications nécessitant des hautes puissances/fréquences (radars, stations de bases, liaisons satellite, ...). Les filières GaAs et Si initialement exploitées pour ces dispositifs RF trouvent aujourd'hui leurs limites. En effet, les composants basés sur ces filières peinent à fournir des puissances élevées ou à travailler à haute température, et les chutes de performances dues à la mauvaise dissipation thermique engendrent un surcoût non négligeable lié à la nécessité de les refroidir. Les dispositifs à base de composés III-N (filière GaN) se trouvent être d'excellents candidats de par leur forte conductivité thermique associée à des puissances/fréquences de fonctionnement élevées et d'une bonne stabilité des performances en milieu hostile. Ainsi, de nombreuses applications s'ouvrent pour la filière GaN, en plus des amplificateurs RF de puissance au sein des stations de base ou de transistors RF dans les infrastructures sans fil « Wireless ». Nous pouvons citer entre autres la réalisation de convertisseurs DC/DC ou DC/AC dans l'industrie automobile, de switch RF ou encore

de capteurs MEMS pour la détection de pression par exemple dans des environnements agressifs. Le marché de ces applications dans la microélectronique de puissance RF, estimé à 900 Millions de dollars en 2008, devrait atteindre 1 Milliard de dollars d'ici 2010. De nombreuses lignes pilote et lignes de production existent actuellement (Picogiga, Nitronex, IQE, CREE, RFMD, TriQuint, HRL, Raytheon, Eudyna, Toshiba, Fujitsu, ST Microelectronics, UMS ...) et des acteurs comme NXP, Selex ou encore OKI semblent aujourd'hui se positionner sur cette technologie III-N.

Le marché total des nitrures (LED, laser, RF et puissance) deviendra très bientôt le second marché en terme de semiconducteur, loin derrière le silicium (200 Milliards de dollars), mais tout de même au niveau respectable de 7 Milliards de dollars estimé pour 2010.

Une des principales limitations rencontrées pour le développement du marché des composés III-N est liée à la difficulté d'élaboration de ces matériaux. Les performances, la fiabilité et la reproductibilité dans l'élaboration de dispositifs à base de composés III-N sont aujourd'hui principalement conditionnées par l'absence de substrat GaN ou AlN disponible avec des qualités et des coûts compatibles avec la production à l'échelle industrielle. Ceci a pour conséquence le recours à l'hétéroépitaxie de GaN sur des substrats de nature différente tels que le saphir (Al_2O_3), le carbure-de-silicium (SiC) ou le silicium (Si). D'ici quelques années, des progrès significatifs seront sans doute réalisés dans la synthèse à l'échelle industrielle de pseudo-substrats GaN (GaN autosupporté) compatibles avec la réalisation de dispositifs hyperfréquences. De tels substrats développés aujourd'hui à petite échelle présentent en effet des densités de défauts de $< 5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ et une résistivité électrique supérieure au GigaOhm.cm grâce à l'incorporation d'impuretés. Le prix de tels pseudo-substrats reste cependant encore trop élevé (30 à 100 fois supérieur à celui du silicium).

Le silicium présente un attrait important de par son prix très compétitif, la taille des substrats disponibles (jusqu'à 12") et sa bonne conductivité thermique qui en font un candidat de choix pour les composants de puissance. Notons que l'orientation privilégiée dans la filière silicium est la (001) et non pas la (111). Cependant, la croissance des nitrures d'élément III sur substrat silicium est particulièrement délicate car les difficultés liées aux différences de paramètres de maille et de coefficients d'expansion thermique sont encore plus critiques que sur substrat saphir ou SiC. Ces difficultés peuvent être à l'origine de phénomènes de courbures excessives voire de fissuration des films déposés. La présence de défauts cristallins et de contraintes dans les matériaux élaborés peuvent, s'ils ne sont pas maîtrisés, dégrader les performances des dispositifs électroniques. En effet, les défauts structuraux, principalement des dislocations, peuvent se comporter comme des pièges pour les électrons limitant ainsi les propriétés de transport (mobilité, vitesse) mais aussi la commande de charge (instabilités, dispersions en fréquence) ; les contraintes résiduelles dans les matériaux, de même que les champs de contraintes et les impuretés qui décoorent les dislocations sont également à l'origine de défaillances des composants.

II. Description du travail de thèse

Le CRHEA est engagé depuis 1994 dans l'étude de la croissance de composés III-N et présente des compétences mondialement reconnues dans les techniques de croissance cristalline et dans l'élaboration de structures, notamment pour les transistors de type HEMT III-N en EJM-NH₃ (Epitaxie par Jets Moléculaires à source ammoniac). Le CRHEA a démontré des hétérostructures HEMTs (Al,Ga)N/GaN sur substrat Si(111) ayant des mobilités proches des meilleures valeurs mondiales avec un record de puissance en 2003 ($P = 6,6\text{W/mm}$ à 2GHz). Le procédé de croissance de GaN sur Si(111) par EJM-NH₃ a fait l'objet d'un brevet en 2001 (n° de demande FR20000007417) et d'un accord de licence exclusive avec la société Picogiga en 2004. Cette dernière s'est engagée dans le développement de la filière HEMT sur substrat silicium susceptible de déboucher sur des marchés de taille raisonnable. Picogiga commercialise aujourd'hui des structures HEMT III-N sur substrat Si(111). En 2005 des transistors atteignant l'état ($P = 7\text{W/mm}$ à 10GHz) ont été réalisés sur ces structures. En 2006, la société Picogiga, qui a développé sa filière HEMT III-N sur Si(111) partir du savoir faire du CRHEA, a souhaité s'appuyer sur ce laboratoire pour améliorer les performances des structures HEMTs en explorant différentes possibilités d'amélioration dont certaines étaient déjà identifiées par les deux parties, et dont d'autres restaient à découvrir. C'est dans le cadre d'un contrat CIFRE (Convention Industrielle de Formation par la Recherche) que le sujet de la thèse a donc été centré sur la compréhension des paramètres clés de la croissance épitaxiale et de l'agencement des empilements de matériaux semiconducteurs nécessaires à la réalisation de transistors HEMT performants dans la filière III-N. Les sujets d'améliorations devaient porter sur les conditions de croissance et le dessin des structures HEMTs réalisées par EJM sur substrat Silicium orienté (111). Les buts recherchés étaient l'amélioration de la fiabilité et des performances en puissance et/ou en fréquences de fonctionnement des transistors, en proposant une approche compatible avec les exigences d'une future fabrication à l'échelle industrielle (reproductibilité et fiabilité).

Le cœur de ce travail de thèse a donc été l'identification des paramètres de croissance susceptibles d'avoir un impact notable sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT, et notamment sur l'isolation électrique des couches tampon et le transport des électrons dans le canal.

Le **chapitre I** est consacré dans un premier temps aux généralités concernant les propriétés cristallines, optiques et électriques des nitrures d'éléments III. Dans un second temps, j'introduis les difficultés liées à l'hétéroépitaxie des composés III-N. Je compare pour cela les différents substrats utilisés (saphir, SiC et silicium) et rappelle les effets induits par l'hétéroépitaxie sur les défauts cristallins et l'état de contrainte des couches épitaxiées. Je présente ensuite les différents modes de relaxation possibles des contraintes et les outils de caractérisation utilisés pour mesurer l'état de

déformation des couches épitaxiées. Enfin, je présente les techniques de croissance habituellement utilisées pour l'épitaxie de structures à base de nitrures d'éléments III : l'EPVOM, l'EPVH et l'EJM.

Le transistor HEMT (Al,Ga)/GaN est présenté au **chapitre II**. Je donne tout d'abord un aperçu des applications spécifiquement adressés par le transistor de puissance à base de composés III-N, puis je rappelle son principe de fonctionnement. La présence de forts champs de polarisation dans l'hétérojonction (Al,Ga)N/GaN rend possible la formation d'un gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG) sans qu'aucun dopage intentionnel de la barrière (Al,Ga)N ne soit nécessaire. Les paramètres pouvant influencer la mobilité des électrons du 2DEG sont présentés avant d'aborder le fonctionnement du transistor en régime statique (DC) et dynamique (RF). Les caractéristiques statiques permettent d'obtenir de nombreuses informations sur la structure HEMT et de juger notamment du potentiel des performances en puissance et en fréquence. Il est également important de comprendre le comportement des dispositifs hautes fréquences afin de prévoir les évolutions (matériau, technologie) susceptibles d'améliorer les performances puissance/fréquence des transistors HEMTs III-N. Nous verrons que les caractéristiques de sortie du transistor dépendent des propriétés de transport du 2DEG, du contrôle de la modulation de charges dans le canal par la tension de grille, de l'isolation des couches tampons et de la dissipation thermique de la structure. Ces dernières années, les performances puissance/fréquence des transistors HEMTs III-N n'ont cessé de progresser grâce à des améliorations progressives des techniques de croissance, de la qualité des matériaux épitaxiés, des procédés technologiques et des topologies des composants optimisées. Je dresse alors une liste non exhaustive de ces améliorations et présente un état de l'art des performances de transistors HEMTs (Al,Ga)N/GaN réalisés sur substrat Si(111) et SiC. Enfin, je présente les enjeux liés à la croissance des composés III-N sur substrat Si(111) et décris en détail la structure HEMT de référence utilisée pour l'étude en énonçant les étapes clés de la croissance.

Du point de vue des épitaxieurs, l'amélioration des performances puissance/fréquence du transistor HEMT (Al,Ga)N/GaN et de sa fiabilité passe entre autre par la réduction de la densité de dislocations et l'épaississement de la couche tampon GaN. L'hétéroépitaxie des composés III-N sur Si(111) souffre d'une contrainte extensive importante au cours du refroidissement post croissance ; le développement des structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN sur Si(111) passe donc par une gestion de la contrainte résiduelle afin d'obtenir des couches non fissurées. Le **chapitre III** a pour objectif de présenter les paramètres de croissance qui ont un impact notable sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT, et notamment sur l'isolation électrique des couches tampon. Dans un premier temps, je mets en évidence certaines corrélations entre propriétés structurales et propriétés électriques, et notamment la corrélation de la courbure finale des échantillons avec l'état de déformation de leurs couches superficielles et avec la densité de dislocations traversantes. Nous verrons que cette tendance du ralentissement de la relaxation des contraintes dans les couches tampon GaN avec les plus faibles

densités de dislocations traversantes confirme l'efficacité des mécanismes d'inclinaisons des dislocations pour relaxer les contraintes. Nous comprendrons alors que la réduction de la densité de dislocations traversantes provenant des couches inférieures est primordiale pour réduire la vitesse de relaxation de la couche tampon GaN et ainsi pouvoir l'épaissir. Dans un second temps, je détaille les étapes clés de la croissance en discutant des principaux paramètres critiques identifiés et de leur influence sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT. Nous verrons comment la température de croissance du GaN influence la vitesse de relaxation des contraintes dans la couche tampon. Dans un souci d'amélioration de la qualité structurale du matériau avant de déposer la couche tampon de GaN, la désoxydation chimique du substrat sera comparée à la désoxydation thermique, et son impact sur les propriétés structurales du HEMT nous conduira à discuter de la formation des fissures enterrées. L'importance du rôle joué par l'étape de nucléation de l'AlN sur Si(111) sur la densité de dislocations traversantes sera ensuite mise en évidence. Puis nous verrons que la modification des épaisseurs des couches enterrées semble être une piste intéressante pour l'obtention de couches épaisses de GaN ($>4\mu\text{m}$) non fissurées.

La réalisation de transistors HEMTs III-N performants et fiables nécessite, en plus d'un substrat électriquement isolant et thermiquement bon conducteur, des couches tampon avec de bonnes propriétés d'isolation électrique. Dans les structures HEMT (Al,Ga)N/GaN, la compensation du dopage résiduel de type n des couches tampon est généralement assurée par des mécanismes intrinsèques liés à des défauts tels que les dislocations. Les couches peu disloquées présentent donc des propriétés d'isolation moindres. Néanmoins, les dislocations traversantes sont néfastes pour les propriétés de transports du 2DEG et pour la fiabilité du composant. De plus, cet effet d'isolation par les dislocations semble diminuer avec l'augmentation de la température.

Aujourd'hui, la disponibilité commerciale de tremples semi-isolants GaN ou AlN permet de tirer avantage de couches tampon hautement résistives présentant de faibles densités de dislocations traversantes ($<10^9\text{ cm}^{-2}$). Cependant, les hétérostructures reprises sur de tels tremples présentent une interface conductrice qui limite les performances des composants. Le **chapitre IV** est consacré à la reprise d'épitaxie sur tremplin GaN et à l'évaluation de l'introduction des éléments dopant fer et carbone pour compenser le dopage résiduel de type n de la couche tampon GaN. Dans un premier temps, je traite de la reprise de croissance par EJM sur tremplin semi-isolant GaN dopé fer sur substrat saphir et des problèmes liés à la contamination de l'interface de recroissance. Nous verrons qu'une solution reproductible utilisant la ségrégation et la diffusion du fer en surface permet de compenser efficacement la pollution d'interface. Nous verrons que cette solution fonctionne également sur des couches tampon GaN déposées sur silicium. Dans un second temps, j'étudie la possibilité d'utiliser le carbone comme élément dopant pour l'obtention de couches tampon semi-isolantes dans les structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN épitaxiées sur Si(111). Je discute également de la reprise d'épitaxie par EJM sur tremplin GaN/Si(111) avec l'utilisation du carbone comme élément accepteur pour compenser la

pollution d'interface. Enfin, la possibilité d'utiliser une couche épaisse d'AlN pour la reprise d'épitaxie sur tremplin GaN ou AlN est étudiée.

Le **Glossaire** donne les définitions des sigles et abréviations utilisés dans ce manuscrit.

L'**Annexe A** présente les différents outils de caractérisations utilisés pour l'étude. Les principes et les méthodologies de mesure utilisées pour la caractérisation structurale et électrique systématique des échantillons y sont détaillés.

L'**Annexe B** présente les différents jeux de masques utilisés et développés au cours de la thèse, ainsi que le procédé technologique utilisé au CRHEA pour la caractérisation électrique du matériau et des structures HEMTs.

L'**Annexe C** présente le protocole expérimental utilisé pour la désoxydation chimique du substrat silicium.

L'**Annexe D** présente l'article traitant de l'étude optique de structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN, et plus particulièrement de celle la couche superficielle de GaN (cap).

Chapitre

I

Table des matières

I. Les nitrures d'éléments III	9
I1. Propriétés	9
I11. Propriétés cristallines	9
I12. Structure de bande et propriétés optiques	12
I13. Propriétés de transport	16
I2. Hétéroépitaxie	18
I21. Substrats pour l'hétéroépitaxie.....	18
I22. Défauts cristallins liés à l'hétéroépitaxie	21
I23. Contraintes liées à l'hétéroépitaxie	22
a. Contraintes et déformations	22
b. Contrainte biaxiale	24
c. Contrainte thermo-élastique	25
I24. Relaxation des contraintes	27
a. Relaxation élastique	27
b. Relaxation plastique.....	28
c. Taux de relaxation.....	33
I25. Mesure des contraintes.....	33
a. RHEED	33
b. Courbure de l'échantillon	33
c. Diffraction des rayons X (DRX)	34
d. Photoluminescence (PL)	34
I3. Techniques de croissance	35
I31. L'épitaxie en phase vapeur	36
a. L'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM)	36
b. L'épitaxie en phase vapeur aux halogénures (EPVH)	36
I32. L'épitaxie par jets moléculaires (EJM)	37
a. Principe	37
b. Processus physico-chimique et modes de croissance.....	38
c. Outils de contrôle de la croissance	40

I. Les nitrures d'éléments III

I1. Propriétés

I11. Propriétés cristallines

Les nitrures d'éléments III sont des matériaux semiconducteurs formés d'éléments de la colonne III du tableau périodique des éléments ou table de Mendeleïv (Gallium *Ga*, Aluminium *Al*, Indium *In*) associés à l'élément azote (N) de la colonne V. Ces matériaux, communément appelés « matériaux III-N » (GaN, AlN, InN et leurs alliages), cristallisent suivant deux types de structure : la structure cubique *blende de zinc* et la structure hexagonale *wurtzite* (Figure I-1).

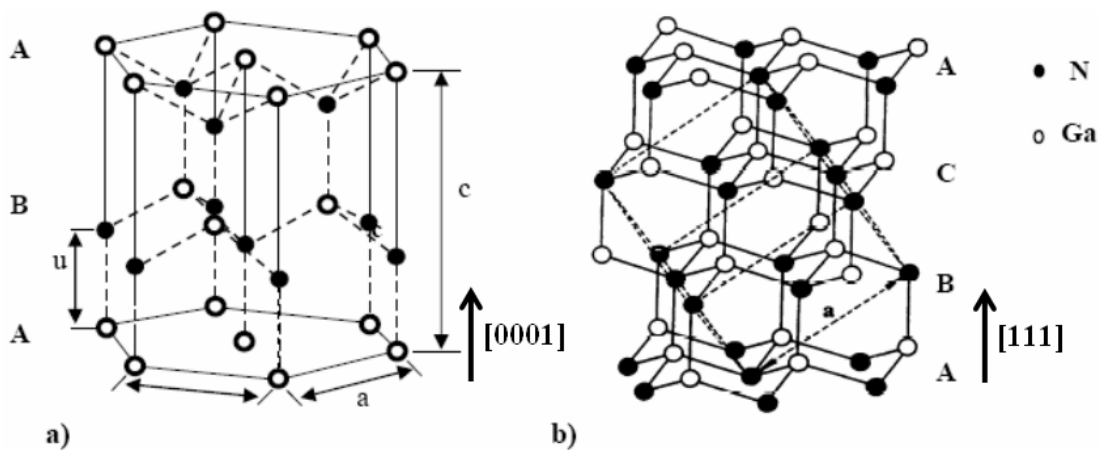


Figure I-1 : Structure a) wurtzite et b) blende de zinc des nitrures d'éléments III

L'obtention d'une structure cristalline plutôt qu'une autre dépend des conditions de croissance épitaxiale et de l'orientation du substrat. La phase hexagonale *wurtzite* est préférentiellement obtenue à partir de plans (0001) d'un substrat de maille hexagonale ou de plans (111) d'un substrat à maille cubique, tandis que la phase cubique *blende de zinc* est obtenue à partir de plans (001) d'un substrat à maille cubique. La forte ionicité des liaisons III-N fait que la phase *wurtzite* est la plus stable thermodynamiquement. Dans cette thèse nous nous intéressons exclusivement à cette phase.

La structure *wurtzite* se compose de deux sous réseaux hexagonaux compacts, l'un occupé par l'azote (N) et l'autre par l'élément III (Ga, Al, In), décalés de u suivant l'axe [0001] ($u = 3c/8$ pour une structure hexagonale compacte). Dans le cas des nitrures d'élément III, la forte électronégativité de l'azote (N) a pour conséquence $u > 3c/8$. Un réseau hexagonal représenté avec un système de Miller à 3 indices (hkl) ne révèle pas la symétrie hexagonale du réseau. Il est donc d'usage d'utiliser 4 indices (h,k,i,l) liés aux vecteurs \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 et \vec{c} , tel que $\vec{a}_3 = -(\vec{a}_1 + \vec{a}_2)$ et $h + k + i = 0$ (Figure I-2).

Pour les plans, on peut donc passer facilement de 3 à 4 indices en posant seulement $i = -(h+k)$. Il n'en est pas de même pour les directions. On ne peut pas convertir 4-indices $[U\ V\ T\ W]$ en 3-indices $[u\ v\ w]$ seulement en posant $T = -(U+V)$. Il faut utiliser la relation $u\vec{a}_1 + v\vec{a}_2 + w\vec{c} = U\vec{a}_1 + V\vec{a}_2 + T\vec{a}_3 + W\vec{c}$. L'équivalence 3-indices et 4-indices pour les directions est donnée à la **Figure I-2**. Notons qu'une famille de directions sera notée $\langle hkl \rangle$ et une famille de plans sera notée $\{hkl\}$. A titre d'illustration, dans le cas de l'épitaxie de GaN en phase *wurtzite*, l'axe de croissance est l'axe $[0001]$ et le plan de croissance est le plan (0001) .

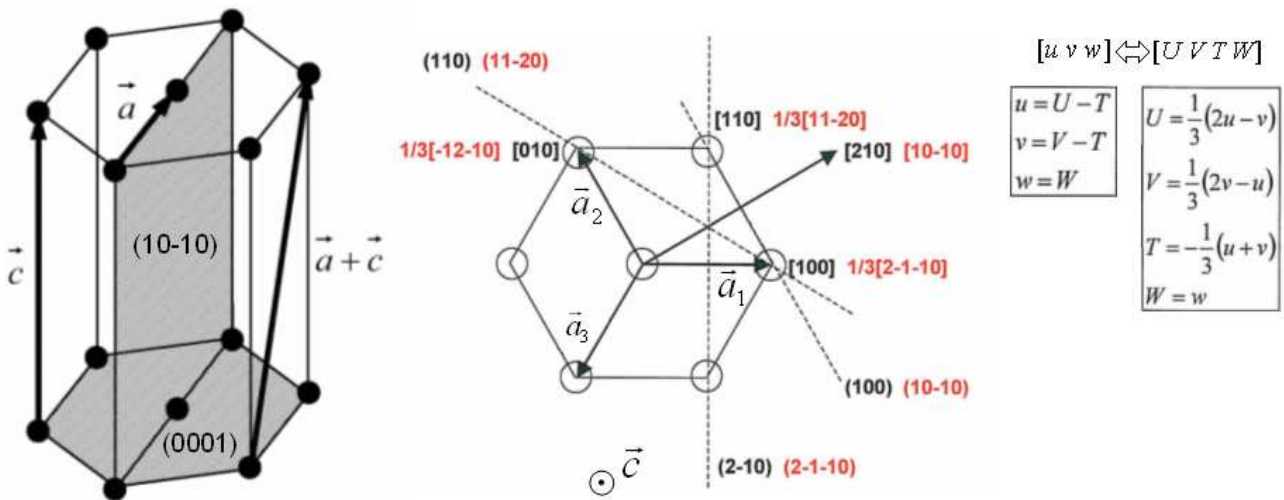


Figure I-2 : prisme hexagonal représentatif de la structure wurtzite (gauche) et projection de la maille hexagonale dans le plan (0001) (centre) avec l'équivalence 3-indices et 4-indices pour les directions (droite)

Les directions $[0001]$ et $[000-1]$ de la structure *wurtzite* ne sont pas équivalentes, et leurs surfaces associées sont respectivement composées d'éléments de faible valence (colonne III) et de plus forte valence (colonne V). La structure *wurtzite* est dite « polaire » et on parle alors de « polarité gallium » ou de « polarité azote » (**Figure I-3**). Cette absence de symétrie suivant la direction $[0001]$ ainsi que la forte ionicité de la liaison III-N donne lieu dans le cristal à un ensemble de dipôles orientés suivant un même axe. Les barycentres des charges positives (Ga^+ , N^+) et négatives (électrons de valence) ne sont pas obligatoirement confondus. Le matériau est alors le siège d'une polarisation interne appelée « polarisation spontanée » (P_{sp}) qui se manifeste aux interfaces du matériau avec le vide ou avec un autre composé. Par convention, la direction du champ électrique de polarisation est orientée de la charge la moins électronégative (l'élément III) à la charge la plus électronégative (l'azote). Dans le cas du GaN, on associe la polarité Ga pour une direction de croissance orientée $[0001]$ et la polarité N pour une direction de croissance orientée $[000-1]$.

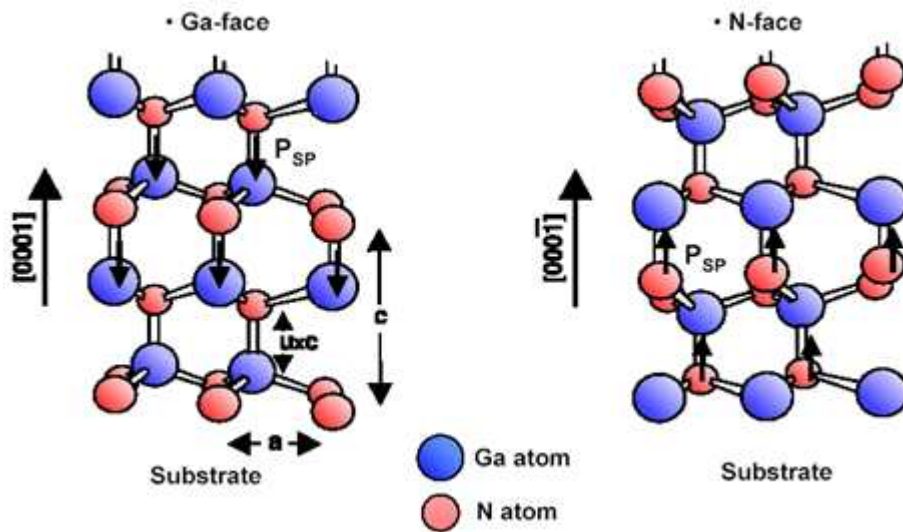


Figure I-3 : polarisation spontanée suivant la polarité a) gallium ou b) azote [1]

Sous l'effet d'une contrainte biaxiale, la déformation d'une telle structure entraîne l'apparition d'une polarisation piézoélectrique P_{pz} qui vient s'ajouter à la polarisation spontanée et dont le signe dépend de l'état de déformation selon l'axe \vec{c} (extension ou compression). Ce point est traité en détail dans le **Chapitre II**.

Il a été montré que la qualité des couches de nitrides d'éléments III est meilleure lorsqu'elles sont de polarité gallium [2]. Aujourd'hui, des résultats récents sur des hétérostructures à polarité azote [3-5] tendent à modérer ces propos. Le GaN épitaxié sur substrat saphir (0001) ou silicium (111) est généralement de polarité gallium. Dans cette thèse nous nous intéressons exclusivement aux matériaux III-N de polarité Gallium.

Les paramètres de maille a et c des nitrides d'éléments III cristallisés en phase *wurtzite* sont donnés dans la **Tableau I-1** [6]. Dans le cas d'un alliage, il est d'usage d'estimer les paramètres de maille à partir de la loi de Vegard (linéaire). A titre d'exemple, le paramètre de maille dans le plan de l'alliage ternaire $Al_xGa_{1-x}N$ est donné par $a(x) = x.a_{AlN} + (1-x)a_{GaN}$.

Matériaux	a (Å)	c (Å)	$\Delta a/a$	3c/8
GaN [7]	3,1878	5,185	0	1,944
AlN [8]	3,112	4,982	-2,4%	1,868
InN [4]	3,538	5,703	10,9%	2,139

Tableau I-1 : paramètres de maille a et c des nitrides d'éléments III, désaccord paramétrique dans le plan par rapport à GaN, et rapports 3c/8

I12. Structure de bande et propriétés optiques

L'intérêt des nitrures d'éléments III est qu'ils présentent de grandes variétés de gap ou bande interdite par rapport aux semiconducteurs classiques (silicium, arséniures, phosphures, ...). A température ambiante ($T=300\text{K}$), leur énergie de bande interdite directe est de 0,7 eV pour l'InN, 3,4 eV pour le GaN et 6,1 eV pour l'AlN, ce qui permet de couvrir un large spectre de longueur d'onde allant de l'infrarouge ($1,55\ \mu\text{m}$) à l'ultraviolet profond (200nm) (**Figure I-4**). Les énergies de bande interdite des alliages ternaires $Al_xGa_{1-x}N$ et $In_xGa_{1-x}N$ peuvent être approximées par l'**Equation I-1**.

$$E_{gap}^{(III-Ga)N}(x) = (1-x)E_{gap}^{GaN} + xE_{gap}^{III-N} - b^{(III-Ga)N}x(1-x) \quad \text{Equation I-1}$$

avec b le terme de non linéarité (bowing) représentant la déviation par rapport à la loi linéaire de type Vegard. La diversité de valeurs reportées dans la littérature s'explique par une grande dispersion dans la qualité des couches épitaxiées et par la difficulté à séparer les effets dus aux contraintes et aux fluctuations de composition d'alliage [9-13]. Pour l'(Al,Ga)N, nous pouvons considérer une valeur $b \approx 0,9\ \text{eV}$ pour $x \leq 0,3$ [14, 15].

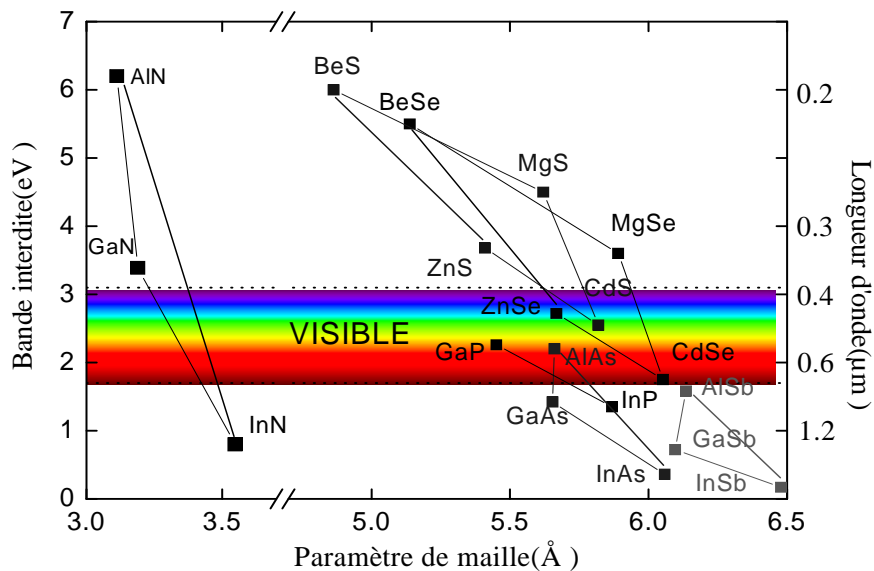


Figure I-4 : énergie de bande interdite et longueur d'onde associée de divers composés semiconducteurs en fonction du paramètre de maille a . Ces valeurs du gap sont données à température ambiante (300 K) pour des matériaux non contraints

Le GaN, tout comme l'AlN et l'InN, est un matériau à gap direct. Il présente une structure de bande dont le minimum de la bande de conduction et le maximum de la bande de valence sont situés au centre de la zone de Brillouin Γ . Dans la structure *wurtzite*, l'anisotropie de la structure et le couplage spin-orbite entraînent une séparation en 3 de la bande de valence (**Figure I-5**). Il existe alors 3 excitons libres en $k = 0$ nommés A, B et C. Un exciton est formé d'un trou de la bande de valence et d'un électron de la bande de conduction liés par une attraction coulombienne. Les valeurs de gap des éléments III-N données dans la **Figure I-4** correspondent à la mesure de l'exciton libre A par photoluminescence (PL) et réflectivité (R) à température ambiante (300 K). Plus de précisions sur la mesure PL sont données en **Annexe A21**.

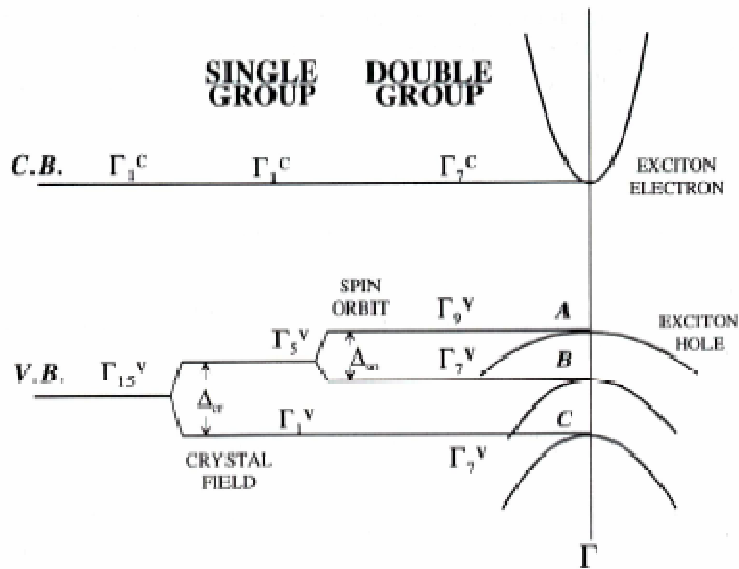


Figure I-5 : schématisation des bandes du GaN au voisinage de $k = 0$ [16]

Comme nous le verrons au **paragraphe I2**, les nitrures d'éléments III sont généralement épitaxiés sur des substrats de nature différente tels que le saphir (Al_2O_3), le carbure de silicium (SiC) ou le silicium (Si) ; on parle alors d'hétéroépitaxie. Les désaccords de maille et de coefficients de dilatation thermique des différents matériaux en présence vont générer des contraintes lors de la croissance épitaxiale et des changements de température. Pour une même hétérostructure, la dispersion des mesures des énergies des excitons libres A, B et C de GaN dans la littérature est donc associée à des déformations parallèle ϵ_{xx} et perpendiculaire ϵ_{zz} à l'axe \vec{c} . Le calcul de l'Hamiltonien dans un cristal à symétrie wurtzite sur les bandes de conduction et de valence en centre de zone permet de relier le comportement des énergies de bande de valence et de conduction en fonction des déformations de la

maille de GaN ϵ_{xx} , ϵ_{yy} et ϵ_{zz} [17, 18]. Etant donné que ϵ_{zz} varie linéairement avec ϵ_{xx} (et ϵ_{yy}), l'énergie de l'exciton A varie linéairement avec la déformation biaxiale ϵ_{xx} . On en déduit donc un potentiel de déformation défini comme étant la variation de l'énergie de l'exciton A en fonction de la déformation biaxiale ($\Delta E_A / \epsilon_{xx}$). La **Figure I-6** rassemble les mesures de l'énergie de l'exciton libre A mesurée par PL et R à 10K en fonction de la déformation ϵ_{xx} mesurée par diffraction des rayons X (DRX) à 300K pour des couches de GaN épitaxiées sur différents substrats [19-23].

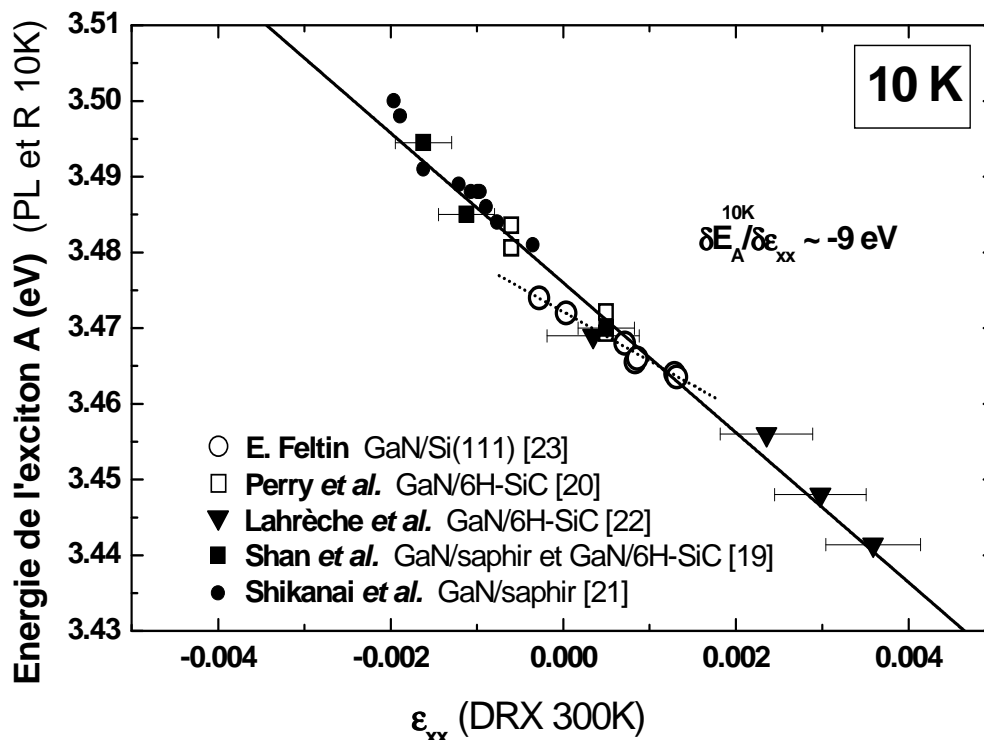


Figure I-6 : énergie de l'exciton libre A mesurée par PL et R à 10K, en fonction de la déformation dans le plan mesurée par DRX à 300K, pour des couches de GaN épitaxiées sur substrats Saphir, 6H-SiC et Si(111) [19-23]

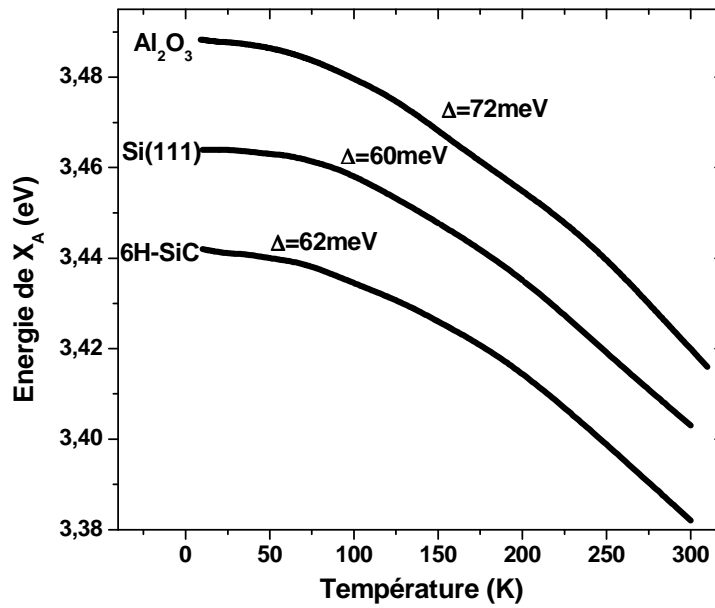


Figure I-7 : énergie de l'exciton A mesurée par PL et R en fonction de la température pour des couches de GaN épitaxiées sur substrats Saphir, Si(111) et 6H-SiC. Δ représente le décalage en énergie de l'exciton A pour une variation de température de 300 K à 10 K (Thèse de doctorat H. Lahrière [24])

Il est important de noter que les coefficients d'expansion thermique de chacun des substrats utilisés pour l'épitaxie sont différents les uns des autres, et par conséquent les déformations engendrées par le refroidissement à 10K le sont aussi (**Figure I-7** [24]). La variation de l'énergie de l'exciton libre A avec la température est donc spécifique à chaque substrat, et les données de la **Figure I-6** doivent être corrigées pour prendre en compte ces différences de contrainte thermique supplémentaire. Au vu de ces commentaires, et pour toutes les structures III-N étudiées dans cette thèse, nous utiliserons un potentiel de déformation expérimental de :

$$\Delta \frac{\partial E_A^{10K}}{\partial \varepsilon_{xx}^{300K}} = -9 \pm 0.5 eV \quad \text{avec } \varepsilon_{xx} = 0 \text{ pour } E_A = 3,478 \text{ eV} \quad \text{Equation I-2}$$

I13. Propriétés de transport

Les propriétés de transport du GaN en font un matériau de choix pour la réalisation de dispositifs microélectroniques hyperfréquence et de puissance. En effet, le GaN présente un champ de claquage important ($>5 \times 10^6 \text{ V.cm}^{-1}$), une bonne conductivité thermique ($1,5 \text{ W.cm}^{-1}$) et une grande vitesse de saturation des électrons ($2,7 \times 10^7 \text{ cm.s}^{-1}$). De plus, la réalisation d'hétérostructures de type HEMT (High Electron Mobility Transistor) (Al,Ga)N/GaN (voir **Chapitre II**) permet d'obtenir une mobilité μ et une densité surfacique électronique N_s élevées ($\mu > 2000 \text{ cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$ et $N_s > 1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ à 300K).

Le potentiel des transistors peut être évalué via différentes figures de mérite. Celles de Johnson et Keyes sont couramment employées dans le domaine de l'électronique, et ce de manière à estimer le potentiel d'un matériau pour des applications en hyperfréquence (figure de Johnson) et de puissance (figure de Keyes). Plus ces figures sont élevées et plus le matériau est adapté à ces applications.

Le **Tableau I-2** montre l'avantage décisif du GaN et du SiC comparés aux matériaux GaAs et Si. Le surcroît d'intérêt pour le GaN par rapport au SiC se justifie par la possibilité de réaliser des empilements hétéroépitaxiés basés sur les 3 binaires III-N et leurs alliages.

Paramètres à 300K	Si	GaAs	6H-SiC	4H-SiC	Diamant	GaN	AlN	InN
Energie de bande interdite 300 K E_{gap} (eV)	1,11 Indirect	1,42 Direct	2,9 Indirect	3,25 Indirect	5,5 Indirect	3,4 Direct	6,1 Direct	0,7 Direct
Mobilité des électrons μ_e (cm ² /V.s)	1400	7000 8500**	600	800	1900	1000 1500-2000*	1100	3000
Mobilité des trous μ_p (cm ² /V.s)	600	400	40	40	1200	30	14	?
Vitesse de saturation v_s (x10 ⁷ cm/s)	1	2	2	2	2,7	2,5	1,8	2,5
Champ de claquage E_c (x10 ⁶ V/cm)	0,25	0,4	4	3	1-10	3	6-15	1
Conductivité thermique Θ_K (W/cm.K)	1,5	0,5	5	4,9	6-20	1,5	2	1,8
Figure de mérite								
Johnson JFOM $(E_c v_s / 2\pi)^2$	1	10	1024	576	11664	900	5184	100
Keyes KFOM $\Theta_K (c v_s / 4\pi \epsilon_r \epsilon_0)^{0.5}$	1	0,45	5,2	5,1	20	1,8	2,1	1,7
Baliga BFOM $\epsilon_0 \epsilon_r \mu_e E_{gap}^3$	1	11,2	6,2	11,7	79	16,4	93	0,7
Baliga BHFFOM $\mu_e E_c^2$	1	13	110	82	2171	103	1257	34
CFOM $\Theta_K \epsilon_0 \epsilon_r \mu_e v_s E_c^2$	1	9	596	438	24338	205	2155	132

*valeur mesurée pour un structure HEMT (Al,Ga)N/GaN avec une densité surfacique de charge du 2DEG comprise entre 4×10^{12} et 1×10^{13} cm⁻².

**valeur mesurée pour une structure HEMT (Al,Ga)As/GaAs avec une densité surfacique de charge du 2DEG égale à 1×10^{11} cm⁻².

JFOM : figure de mérite de Johnson pour les dispositifs hautes fréquences

KFOM : figure de mérite de Keyes pour la thermique dans la commutation des transistors sur circuit intégrés.

BFOM : figure de mérite de Baliga pour la commutation de puissance des transistors à effet de champ (FET)

BHFFOM : figure de mérite de Baliga pour la commutation rapide de puissance des FETs.

CFOM : figure de mérite combinant toutes les constantes critiques pour un fonctionnement hautes température/fréquence/puissance.

$\epsilon_0 = 1 / \mu_0 c^2$: la permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8,854187817 \times 10^{-12}$ F.m-1).

$\epsilon_r = \epsilon / \epsilon_0$: la permittivité relative.

Tableau I-2 : propriétés électriques et thermiques des composés III-N et de quelques semiconducteurs classiques, ainsi que leurs figures de mérite normalisées par rapport au silicium. Certaines figures de mérite sont très sensibles aux paramètres choisis qui sont eux-mêmes parfois dispersés dans la littérature.

I2. Hétéroépitaxie

I21. Substrats pour l'hétéroépitaxie

A l'heure actuelle, on ne dispose pas de substrat natif d'éléments III-N GaN ou AlN comme c'est le cas pour Si, InP, GaAs, ... L'élaboration du GaN massif est difficile [25-29]⁽¹⁾ et les substrats auto-supportés sont encore trop onéreux⁽²⁾. Tout ceci a poussé le développement de l'hétéroépitaxie des matériaux III-N sur des substrats de nature différente tels que le saphir (Al₂O₃), le GaAs, le 6H-SiC et 4H-SiC, le Si(111) [30, 31] et plus récemment le Si(001) [32]. Le **Tableau I-3** résume les avantages et les inconvénients des principaux substrats utilisés pour l'épitaxie du GaN, tandis que le **Tableau I-4** présente leurs principales caractéristiques physiques.

	Avantages	Inconvénients
Saphir	<ul style="list-style-type: none"> - Coût acceptable - Grande stabilité thermique - Transparence → optoélectronique - Important désaccord paramétrique / GaN - Important désaccord thermique / GaN → compression résiduelle forte à 300K → épaisseur des couches possible 	<ul style="list-style-type: none"> - Mauvais conducteur thermique → limite le développement des dispositifs de puissance - Important désaccord paramétrique / GaN - Important désaccord thermique / GaN → courbure importante du substrat - Diffusivité possible d'impureté oxygène provenant du substrat
SiC	<ul style="list-style-type: none"> - Très bon conducteur thermique → dispositifs de puissance - désaccord paramétrique raisonnable / GaN 	<ul style="list-style-type: none"> - Coût important - Absorption d'une partie du spectre visible → limite le développement des dispositifs optoélectroniques - Coefficient de dilatation thermique < GaN → contrainte extensive lors du refroidissement risque de fissuration épaissement des couches limité - Diffusivité possible d'impureté silicium provenant du substrat
Si	<ul style="list-style-type: none"> - Coût faible - Disponibilité en grande taille - Bonne conduction thermique → composants de puissance - Gravure chimique possible → microsystèmes, membranes, ... 	<ul style="list-style-type: none"> - Important désaccord paramétrique / GaN - Important désaccord thermique / GaN → contrainte extensive lors du refroidissement risque de fissuration épaissement des couches limité - Diffusivité possible d'impureté silicium provenant du substrat

Tableau I-3 : résumé des avantages et des inconvénients des principaux substrats utilisés pour l'épitaxie de GaN

⁽¹⁾ Des substrats GaN massifs de faible dimension sont élaborés au Centre de recherche des Hautes Pressions de l'Académie des Sciences Polonaise de Varsovie. Des substrats < 2'' de GaN massif sont aujourd'hui en passe d'être commercialisés (AMMONO Sp. z o.o., Mitsubishi Chemicals, ...).

⁽²⁾ Des substrats 2'' de GaN auto-supportés, préalablement hétéroépitaxiés en phase vapeur d'hydrures (EPVH) puis séparés de leur substrat, sont proposés par LUMILOG, SUMITOMO, TopGaN, CREE ATMI, Kyma, ...

Historiquement, c'est sur saphir qu'on a obtenu les premiers résultats significatifs pour la croissance de GaN (diodes électroluminescentes, 1994, S. Nakamura, Nichia Chemicals). Ce substrat est donc aujourd'hui le plus couramment utilisé. Si sa transparence en fait un substrat de choix pour l'optoélectronique, sa faible conductivité thermique limite la réalisation de dispositifs de puissance. Enfin, le désaccord paramétrique et la différence de coefficients de dilatation thermique entre le GaN et le saphir induisent une compression importante des couches épitaxiées et donc une courbure importante du substrat.

Les substrats 6H-SiC présentent une très bonne conductivité thermique et électrique, ce qui en fait un substrat de choix pour la réalisation de dispositifs de puissance [33]. De plus le SiC a un paramètre de maille relativement proche de celui du GaN comparé au saphir et au silicium. Néanmoins, son prix reste prohibitif et son coefficient de dilatation thermique plus faible que celui du GaN induit une contrainte extensive lors du refroidissement et donc l'apparition de fissures pour des couches épaisses (>3-5 μm).

Le silicium présente un attrait important de par son prix très compétitif, sa grande disponibilité en taille (jusqu'à 12'') et sa bonne conductivité thermique qui en font un candidat de choix pour les composants de puissance. De plus, la croissance de GaN sur silicium permet l'intégration de dispositifs à base de nitrures d'éléments III avec les nombreuses technologies de la filière silicium. Enfin, la possibilité de graver chimiquement le substrat silicium permet la réalisation de traitements technologiques en face arrière (connections électriques, drains thermiques, etc), ou encore l'obtention de couches autosupportées de GaN pouvant éventuellement être transférées sur d'autres substrats d'accueil. Cependant, le silicium présente un fort désaccord paramétrique et une différence de coefficient de dilatation thermique importante avec le GaN. La contrainte extensive générée au cours du refroidissement reste un point critique pour la croissance de couches non fissurées d'épaisseur supérieure à 3 μm .

La commercialisation récente de couches tremplins de GaN ou AlN sur substrats saphir ou SiC est de nature à simplifier la réalisation des hétérostructures. Des tentatives de croissance de GaN sur GaAs, LiGaO₂ ou LiAlO₂ ont également été rapportées. Enfin, des substrats alternatifs sont également développés pour les matériaux III-N : le SiCOI (SiC/SiO₂/Si) [34, 35] dont on espère faire baisser le coût en deçà de celui des substrats SiC massif, le GaNOI (GaN/SiO₂/Si) [36], ou encore le SopSiC (Si/polySiC) [37] pour tirer avantage de la meilleure conductivité thermique du SiC.

	GaN	AlN	Saphir	SiC	Si(111)
Paramètre de maille à 300K (Å)	a = 3,1878	a = 3,112	$a = 4,758 / \sqrt{3}$ = 2,747	3,080 (6H-SiC) 3,082 (3C-SiC)	$a = 5,43 / \sqrt{2}$ = 3,84
Désaccord paramétrique du GaN (%)	0	2,4 compression	16 compression	3,5 compression	-17 tension
Coefficient d'expansion thermique ($\times 10^{-6} K^{-1}$)	5,59	4,2	7,5	4,7	2,59
Désaccord thermique du GaN (%)	0	33	-25,5 compression	19 tension	116 tension
Contrainte résiduelle (et courbure) à 300K			compressive (convexe)	extensive (concave)	extensive (concave)
Conductivité thermique ($W.K^{-1}.cm^{-1}$)	1,5	2	0,5	5	1,5
Propriétés électriques	n, p, SI ⁽³⁾	isolant	isolant	n, p, SI	n, p
Résistivité ($\Omega.cm$)	$> 10^4$ dopage Fer	10^{13}	isolant	$> 10^4$	$> 10^4$
Gravure chimique	difficile	difficile	impossible	impossible	Facile
Prix moyen 2'' (€)	Auto-supporté 3000-5000 Tremplin 500	Tremplin 1000	50	3000	30
Disponibilité	-- (<cm ²)	- (2'')	++ (2''- 4'')	+ (2'' 3'')	++ (2''- 12'')
Propriété du GaN	LMH GaN002 100 arsec Densité TD < $1,10^5 cm^{-2}$ LMH PL 10K < 1 meV		LMH GaN002 300 arsec Densité TD < $5,10^8 cm^{-2}$ LMH PL 10K 3 meV	LMH GaN002 100 arsec Densité TD < $5,10^8 cm^{-2}$ LMH PL 10K 3 meV	LMH GaN002 600 arsec Densité TD < $5,10^9 cm^{-2}$ LMH PL 10K 8 meV

LMH = Largeur à mi-hauteur

TD = dislocations traversantes (*threading dislocation* en anglais)

PL = Photoluminescence

Tableau I-4 : propriétés des principaux substrats utilisés pour l'épitaxie des matériaux III-N

⁽³⁾ GaN semi-isolant auto-supporté disponible chez CREE

I22. Défauts cristallins liés à l'hétéroépitaxie

L'hétéroépitaxie des nitrures d'éléments III sur des substrats aussi peu adaptés en paramètre de maille a pour conséquence la formation de nombreux défauts cristallins : domaines d'inversion de polarité, fautes d'empilements, dislocations. Indépendamment du désaccord paramétrique avec le substrat, d'autres défauts ponctuels peuvent apparaître tels que les lacunes et les impuretés interstitielles ou substitutionnelles. Notons cependant que les principaux défauts sont les dislocations traversantes.

Pour une différence de paramètre de maille d'environ 16% pour GaN épitaxié sur saphir ou -17% sur silicium, l'épaisseur critique d'une couche mince de GaN non relaxée est de l'ordre d'une monocouche. L'hétéroépitaxie de composés III-N sur de tels substrats débute par la formation d'îlots de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres de diamètre. Ce type de croissance est dite colonnaire en raison de la longueur de cohérence élevée des grains suivant l'axe de croissance [0001] et très réduite dans le plan de croissance ($L_{//}$ assimilée à la taille moyenne des grains cristallographiques). Ces îlots coalescent rapidement, mais les désorientations relatives de leurs axes de croissance [0001] (appelées *tilt*, **Figure I-8a**) et leurs désorientations dans le plan (appelées *twist*, **Figure I-8b**) sont responsables de la formation de dislocations traversantes aux joints de grains.

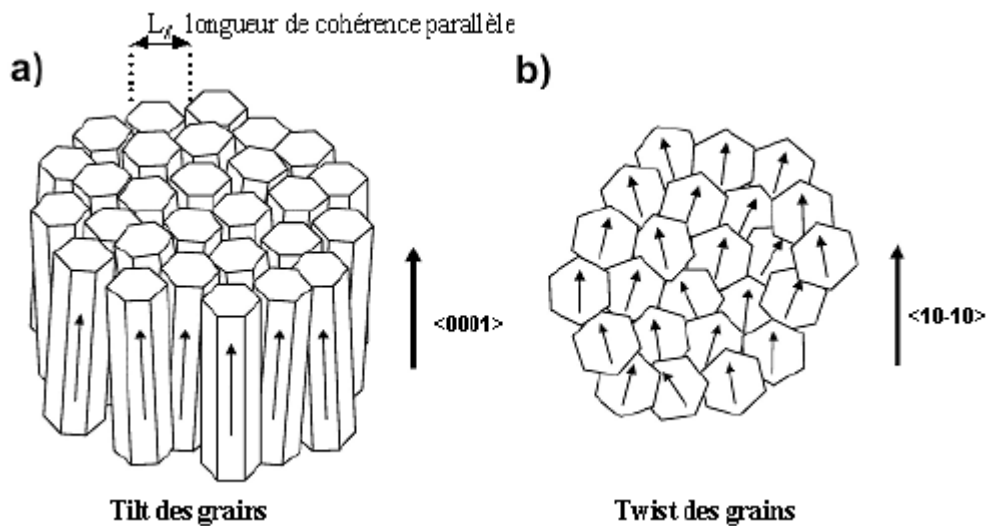


Figure I-8 : désorientation des grains suivant a) la direction $\langle 0001 \rangle$ et b) dans le plan associé à la croissance colonnaire des nitrures d'éléments III hétéroépitaxiés

Il existe 3 types de dislocations traversantes pouvant se propager dans les nitrures d'éléments III. Elles sont définies par leur vecteur de Burgers \vec{b} ⁽⁴⁾, relatif à l'amplitude de la déformation locale du réseau cristallin, et par leur vecteur unitaire \vec{u} parallèle à la ligne de dislocation :

type **a**, appelées *dislocations coins* (b et u normaux tels que $\vec{b} \cdot \vec{u} = 0$), $b = 1/3\langle 11-20 \rangle$

type **c**, appelées *dislocations vis* (b et u colinéaires tels que $\vec{b} \wedge \vec{u} = 0$), $b = \langle 0001 \rangle$

type **a+c**, appelées *dislocations mixtes* ($\vec{b} \cdot \vec{u}$ et $\vec{b} \wedge \vec{u} \neq 0$), $b = 1/3\langle 11-23 \rangle$

Les plans de glissement, définis par le vecteur de Burger \vec{b} et la direction de la ligne de dislocation \vec{u} , sont soit les plans de croissance (0001) soient les plans prismatiques (10-10) (**Figure I-2**)

I23. Contraintes liées à l'hétéroépitaxie

a. Contraintes et déformations

L'hétéroépitaxie est à l'origine de contraintes dans les matériaux épitaxiés :

- La différence de paramètre de maille induit une contrainte lors de la croissance. On parle de *contrainte d'épitaxie*.
- La différence des coefficients de dilatation thermique induit une contrainte lors du refroidissement post croissance. On parle de *contrainte thermo-élastique*.

Sous l'effet des contraintes, le matériau épitaxié va subir une déformation :

- Un matériau *ductile* subira une déformation élastique, qui suit une loi linéaire et réversible avec la contrainte appliquée, suivie d'une déformation plastique guidée par la génération de défauts impliquant une déformation irréversible jusqu'à la rupture.
- Un matériau *fragile* subira une déformation élastique jusqu'à la rupture, sans passer par la déformation plastique.

⁽⁴⁾ Le vecteur de Burgers se définit comme étant le vecteur nécessaire à boucler un circuit initialement fermé dans le cristal parfait et qui se trouve ouvert lorsqu'il encercle la ligne de dislocation.

Les nitrures d'éléments III obéissent aux lois de l'élasticité linéaire. Les champs de déformation (ϵ_{kl}) de la couche hétéroépitaxiée sont reliés aux champs de contraintes (σ_{ij}) par le tenseur des constantes élastiques (C_{ijkl}) (loi de Hooke) :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \epsilon_{kl} \quad \text{Equation I-3}$$

Dans un système d'axes orthonormés (x, y, z), le tenseur \vec{C} d'un matériau ayant une symétrie hexagonale est caractérisé par 6 coefficients élastiques dont 5 sont indépendants. En utilisant la notation de Voigt (xx→1, yy→2, zz→3, yz→4, zx→5, 2.W_{xy}→W₆), les déformations ϵ_{kl} et les contraintes σ_{ij} sont reliées dans une structure *wurtzite* par :

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_3 \\ \epsilon_4 \\ \epsilon_5 \\ \epsilon_6 \end{bmatrix}$$

Equation I-4

avec $C_{11} = C_{22}$, $C_{23} = C_{13}$, $C_{55} = C_{44}$ et $2C_{66} = C_{11} - C_{12}$

L'énergie élastique emmagasinée par unité de volume s'écrit :

$$\frac{E_{\text{élastique}}}{V} = \frac{1}{2} \sigma_{ij} \epsilon_{ij} \quad \text{Equation I-5}$$

Dans le cas de l'épitaxie de couches minces, il est judicieux de considérer l'énergie élastique emmagasinée par unité de surface qui dépend alors directement de l'épaisseur h du matériau soumis au champ de contrainte :

$$\frac{E_{\text{élastique}}}{S} = \frac{1}{2} \sigma_{ij} \epsilon_{ij} h \quad \text{Equation I-6}$$

b. Contrainte biaxiale

Les contraintes subies par un cristal hétéroépitaxié sur un substrat sont purement biaxiales, c'est-à-dire qu'elles ne sont présentes que dans le plan de croissance. L'Equation I-4 se simplifie en :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{Equation I-7}$$

Avec
$$\begin{cases} \sigma_{xx} = \sigma_{yy} = (C_{11} + C_{12})\varepsilon_{xx} + C_{13}\varepsilon_{zz} \\ \sigma_{zz} = 2C_{13}\varepsilon_{xx} + C_{33}\varepsilon_{zz} = 0 \end{cases}$$

$$\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = \frac{a - a_0}{a_0} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{zz} = \frac{c - c_0}{c_0}$$

Où a et c sont les paramètres de maille de la couche déposée, et a_0 et c_0 les paramètres de la maille relaxée.

On définit alors le coefficient de Poisson biaxial comme :

$$\nu_c = -\frac{\varepsilon_{zz}}{\varepsilon_{xx}} = 2 \frac{C_{13}}{C_{33}} = \frac{2\nu}{\nu - 1} \quad \text{Equation I-8}$$

$$\text{où} \quad \nu = \frac{C_{13}}{C_{13} + C_{33}}$$

Le coefficient de Poisson biaxial ν_c ne doit pas être confondu avec le coefficient de Poisson isotrope ν qui représente le rapport des déformations transversales et longitudinales dans le cas d'un essai mécanique uniaxial pour un matériau isotrope.

On peut également définir le module d'élasticité biaxial M reliant la déformation à la contrainte dans le plan de croissance :

$$\sigma_{xx} = \left(C_{11} + C_{12} - 2 \frac{C_{13}^2}{C_{33}} \right) \varepsilon_{xx} = M \varepsilon_{xx} \quad \text{Equation I-9}$$

$$\frac{E_{\text{élastique}}}{S} = M . h . \varepsilon_{xx}^2 \quad \text{Equation I-10}$$

Le **Tableau I-5** ci dessous donne les constantes élastiques, le module d'élasticité biaxial et les coefficients de Poisson des éléments III-N en phase wurtzite ainsi que celles du silicium cubique.

@ 300 K	GaN [38]	AlN [39]	Si [40]
C_{11}	390	396	166
C_{33}	398	373	166
C_{12}	145	137	63,9
C_{13}	106	108	63,9
C_{44}	105	116	79,6
C_{66}	123	297	79,6
M (GPa)	478,5	470,5	229 [41]
ν_c	0,53	0,58	
ν	0,21	0,22	0,3 [42]

Tableau I-5 : constantes élastique du GaN, de l'AlN et du Si. Pour Si, la maille cubique les rend isotropes ($C_{11} = C_{22} = C_{33}$, $C_{12} = C_{13} = C_{23}$ et $C_{44} = C_{55} = C_{66}$)

c. Contrainte thermo-élastique

La différence des coefficients d'expansion thermique entre le film épitaxié et son substrat induit une contrainte lors du refroidissement post croissance : on parle de contrainte thermo-élastique. Celle-ci ne suppose pas qu'il y ait une relation d'épitaxie entre les matériaux. Le seul fait que le substrat et le film soient attachés et que le refroidissement n'entraîne pas la décohésion du film, permet l'apparition de cette contrainte. Ceci est donc le cas même si la relaxation de la contrainte d'épitaxie s'est produite lors de la croissance.

Le coefficient d'expansion thermique est défini par :

$$\alpha = \frac{1}{a} \frac{\partial a}{\partial T} \quad \text{Equation I.11}$$

avec a le paramètre de maille

Dans le cas d'un film épitaxié sur un substrat de nature différente à une température différente de la température ambiante, la déformation thermo-élastique du film à température ambiante sera :

$$\epsilon_{thfilm} = (\alpha_{film} - \alpha_{substrat}) \cdot \Delta T \quad \text{Equation I-12}$$

avec α_{film} et $\alpha_{substrat}$ les coefficients d'expansion thermique respectifs du film et du substrat et ΔT la différence entre la température de croissance et la température ambiante.

L'AlN et le GaN sont des matériaux relativement semblables en ce qui concerne les caractéristiques mécaniques. Tous deux présentent des coefficients d'expansion thermique dans le plan très proches (**Tableau I-6**).

		GaN		AlN		Si (111)	Saphir (0001)	6H-SiC
α ($10^{-6} / K$)		5,59		4,15		2,59	7,5	4,7
ϵ_{thfilm} (EJM)		$\Delta T=780K$	$\Delta T=900K$	$\Delta T=780K$	$\Delta T=900K$			
	Épitaxié sur Si(111)	0,23 %	0,27 %	0,13 %	0,14 %			
	Épitaxié sur Saphir	-0,15 %	-0,17 %	-0,26 %	-0,30 %			
	Épitaxié sur 6H-SiC	0,07 %	0,08 %	0,04 %	0,05 %			

Tableau I-6 : coefficient d'expansion thermique et déformation thermo-élastique induite par le substrat sur le film de GaN ou d'AlN épitaxié

La **Figure I-9** compare la déformation thermique de GaN (prise identique à celle de l'AlN [43]) dans le plan avec celle des matériaux habituellement utilisés comme substrat pour son hétéroépitaxie [44, 45].

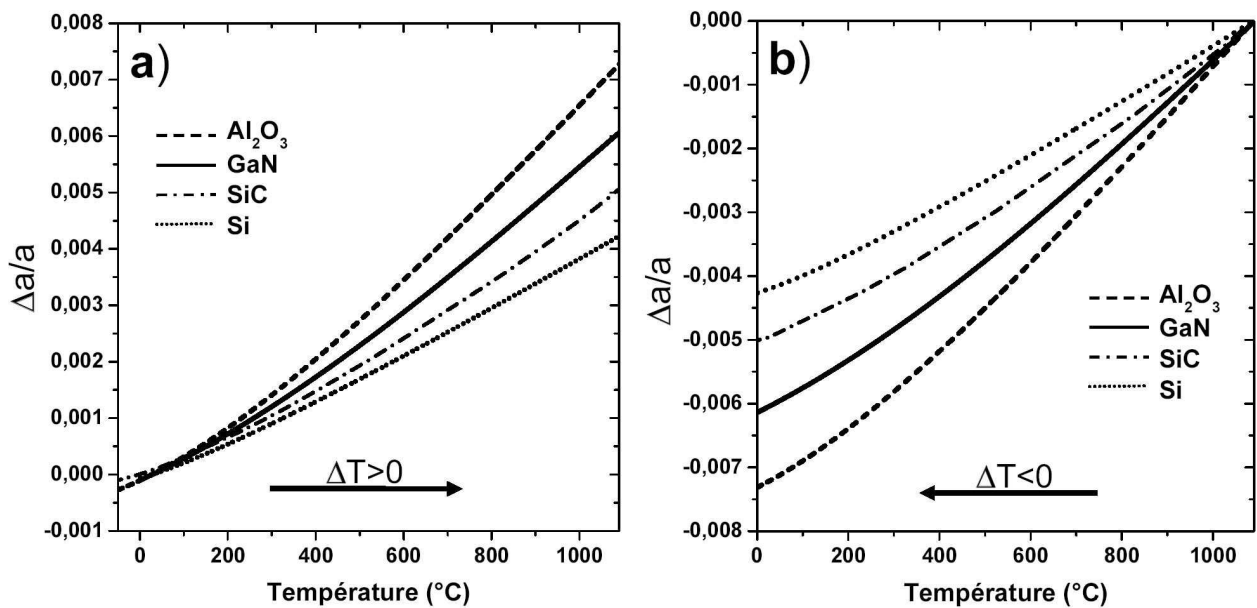


Figure I-9 : déformation thermique dans le plan de croissance de GaN et de ses substrats potentiels pour une augmentation (a) et une diminution (b) de la température. D'après E. Feltn [23]

Le signe de la contrainte dans GaN dépend de la déformation thermique de GaN et du substrat utilisé. Lorsque l'épaisseur du film épitaxié est faible par rapport à celle du substrat, le film épitaxié subit la même expansion thermique que le substrat. Lors du refroidissement, le paramètre de maille du

film évolue donc proportionnellement au coefficient d'expansion thermique du substrat. Une contrainte sera générée dans le film si le coefficient d'expansion thermique est différent de celui du substrat.

Au cours du refroidissement ($\Delta T < 0$), si $\alpha_{film} < \alpha_{substrat}$, alors la déformation subie par la couche est négative ($\epsilon_{thfilm} < 0$) et correspond à une contrainte thermique compressive. C'est par exemple le cas pour le GaN épitaxié sur saphir. A l'inverse, si $\alpha_{film} > \alpha_{substrat}$, alors la déformation subie par la couche est positive ($\epsilon_{thfilm} > 0$) et correspond à une contrainte thermique extensive. C'est par exemple le cas pour le GaN épitaxié sur Si(111) ou SiC. La **Figure I-9** permet de connaître rapidement le signe de la déformation thermique. En effet, il apparaît immédiatement qu'au cours du refroidissement, le paramètre de maille dans le plan du saphir se contracte plus rapidement que celui du GaN qui lui-même se contracte plus vite que celui du 6H-SiC et du silicium.

I24. Relaxation des contraintes

a. Relaxation élastique

Déformation

Dans le cas où la contrainte appliquée dans chaque couche n'est pas suffisante pour induire le régime plastique, les matériaux se déforment élastiquement sans génération de défauts. La structure entière adopte alors un paramètre de maille moyen correspondant à un équilibre des forces appliquées dans le plan de croissance et au minimum d'énergie élastique de la structure. Dans un système à 2 couches, lorsqu'un matériau A est épitaxié sur un matériau B de nature différente, le paramètre de maille à l'équilibre se définit comme suit :

- les déformations dans le plan de croissance sont données par :

$$\epsilon_A = \frac{a - a_A}{a_A} \quad \text{et} \quad \epsilon_B = \frac{a - a_B}{a_B}$$

- l'énergie élastique par unité de surface du plan de croissance est donnée par :

$$E_{elast} = \sum M_i \cdot h_i \cdot \epsilon_i^2 = M_A \cdot h_A \cdot \epsilon_A^2 + M_B \cdot h_B \cdot \epsilon_B^2$$

En minimisant E_{elast} par rapport au paramètre de maille a :

$$\frac{dE_{elast}}{da} = 0 = -2 \cdot [M_B \cdot h_B \cdot a_A^2 \cdot (a_B - a) + M_A \cdot h_A \cdot a_B^2 \cdot (a_A - a)] \cdot (a_A \cdot a_B)^{-2}$$

le paramètre de maille à l'équilibre qui en découle s'écrit :

$$a = a_A \cdot a_B \cdot \frac{M_A \cdot h_A \cdot a_B + M_B \cdot h_B \cdot a_A}{M_A \cdot h_A \cdot a_B^2 + M_B \cdot h_B \cdot a_A^2} \quad \text{Equation I-13}$$

Il est à noter que le rapport des contraintes entre 2 films est proportionnel à celui des épaisseurs. Ainsi, pour un film de quelques micromètres d'épaisseur hétéroépitaxié sur un substrat épais de quelques centaines de micromètres, la déformation du substrat est négligeable.

Rugosité de surface

Durant la croissance des nitrures, la relaxation des contraintes peut se faire par l'apparition d'une rugosité de surface. D'un régime de croissance bidimensionnel (2D), on passe alors à un régime de croissance tridimensionnel (3D) (mode Stranski-Krastanov, voir **paragraphe I32b**). Ce phénomène, qui dépend de l'énergie élastique et de l'énergie de surface, s'observe lors de la formation de boîtes quantiques GaN sur AlN [46-48]. La formation en surface d'îlots de faible dimension (palets) a également été observée au cours de la croissance 2D des premières monocouches d'AlN sur GaN ou de GaN sur AlN [49, 50].

Epaisseur critique

Si la contrainte est trop importante, la couche relaxe l'énergie emmagasinée par création de défauts cristallins. Une déformation plastique irréversible est alors provoquée par la génération de défauts tels que les dislocations (relaxation ductile) ou les fissures (relaxation fragile). La relaxation ne peut se produire que si elle est énergétiquement favorable. Dans le cas de l'hétéroépitaxie des nitrures, la relaxation ductile commence à partir d'une épaisseur critique h_c qui dépendra de la nature du substrat, de la structure épitaxiée, voire de la technique de croissance.

b. Relaxation plastique

Dislocations

Les seules dislocations pouvant relaxer la contrainte biaxiale sont les dislocations possédant une composante de leur vecteur directeur \vec{u} dans le plan de croissance. La relaxation de la contrainte biaxiale σ_{xx} due à la différence de paramètre de maille ne peut donc avoir lieu qu'au travers des dislocations de type coin (a et $a+c$) appartenant au plan de glissement (0001). Elles sont communément appelées *dislocations d'interfaces* ou *dislocations géométriques* (*misfit dislocations* en anglais). Lors de l'hétéroépitaxie des nitrures sur substrat saphir, Si et SiC, celles-ci apparaissent très rapidement dans les premières monocouches à cause du fort désaccord paramétrique entre le substrat

et la couche épitaxiée. Les différents plans de glissement possibles dans une structure hexagonale compacte sont donnés aux références [51, 52]. Les plans de glissement pouvant être activés pour relaxer une contrainte sont ceux dans lesquels la contrainte résolue est non nulle. Par conséquent, dans le cas d'une contrainte compressive biaxiale, seuls les plans pyramidaux peuvent être activés. D'après J.A. Floro [51] et S. Srinivasan [52], l'activation du plan (11-22) serait le système de glissement le plus favorable.

A.E. Romanov et J.S. Speck [53] ont montré que la contrainte biaxiale compressive d'une couche d' $\text{Al}_{0,49}\text{Ga}_{0,51}\text{N}$ épitaxiée sur une couche d' $\text{Al}_{0,62}\text{Ga}_{0,38}\text{N}$ pouvait être relaxée en partie par l'action de dislocations traversantes de type coin (a et $a+c$) inclinée d'un angle α par rapport à la direction de croissance [0001], sur une épaisseur totale h , suivant une des 3 directions $\langle 1-100 \rangle$. La projection à l'interface de la ligne de dislocation s'apparente ainsi à un segment de dislocation d'interface (*misfit*) de longueur L possédant un vecteur de Burgers $b = 1/3\langle 11-20 \rangle$ (**Figure I-10**). L'énergie relaxée par la dislocation inclinée dépendra alors directement de la longueur de ce segment d'interface ainsi créé. La déformation moyenne induite par une densité de dislocations traversantes inclinées ρ_{TD} à composante coin (a et $a+c$) peut être quantifiée par l'équation suivante :

$$\bar{\epsilon} = \frac{1}{4} b \rho_{TD} h \tan \alpha \quad \text{Equation I-14}$$

avec b l'amplitude du vecteur de Burgers relatif à la déformation locale du réseau cristallin, ρ_{TD} la densité de dislocations traversantes à composante coin (coins a et mixtes $a+c$), h l'épaisseur du film épitaxié et α l'angle moyen d'inclinaison des dislocations traversantes.

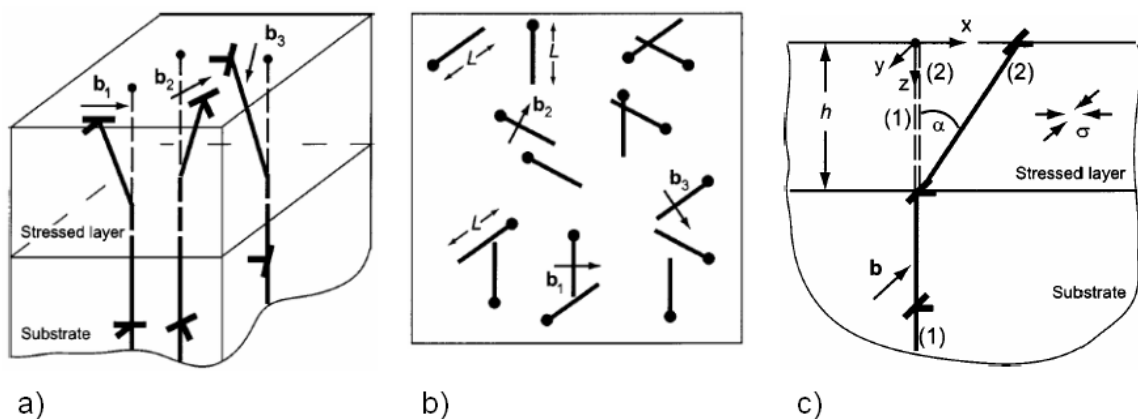


Figure I-10 : dislocations de type coin inclinées dans une couche contrainte en compression : a) représentation en vue isométrique de trois familles de dislocations inclinées de type coin correspondant à trois orientations possibles du vecteur de Burgers dans le plan (0001) d'une couche de matériaux wurtzite. b) vue de dessus des segments de longueur L projetés à l'interface. c) vue en section d'une dislocation traversante inclinée [53]

Les dislocations traversantes ont une origine autre que la relaxation de la contrainte biaxiale. Les dislocations traversantes de type a sont présentes aux joints de grains et permettent d'accommoder le twist entre les grains cristallographiques (croissance colonnaire des nitrures), tandis que les dislocations traversantes de type c se forment durant la croissance à la jonction de deux marches atomiques. La projection du vecteur directeur \vec{u} de leur ligne de dislocation dans le plan de croissance (0001) étant nulle, toutes ces dislocations ne peuvent pas, en l'état, relaxer la contrainte biaxiale.

Toutes les dislocations traversantes (a , c , $a+c$) subissent le champ de contrainte σ_{ij} par l'intermédiaire de la force de Peach-Koehler [54] :

$$\frac{\vec{F}}{L} = (\sigma_{ij} \cdot \vec{b}) \wedge \vec{u} \quad \text{Equation I-15}$$

avec L la longueur de la ligne de dislocation, σ_{ij} le champ de contrainte, \vec{b} le vecteur de Burgers de la dislocation, et \vec{u} le vecteur directeur de la ligne de dislocation.

Dans le cas d'une contrainte biaxiale $\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = M \cdot \varepsilon_{xx}$ (voir **paragraphe I23b**), et en considérant ϕ l'angle entre le vecteur de Burgers \vec{b} et le vecteur directeur \vec{u} de la ligne de dislocation, β l'angle entre le plan de croissance et le plan de glissement, et φ l'angle entre le vecteur de Burgers \vec{b} et l'intersection du plan de croissance et du plan de glissement, la force s'exerçant sur une dislocation traversante s'exprimera dans un repère orthonormé $(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ comme suit :

$$\frac{\vec{F}}{L} = M \cdot \varepsilon_{xx} \cdot \begin{pmatrix} b_y \cdot u_z \\ -b_x \cdot u_z \\ b_x \cdot u_y \end{pmatrix} = M \cdot \varepsilon_{xx} \cdot b \cdot \begin{cases} \sin \phi \cdot \cos \beta \cdot \sin \beta \times \vec{x} \\ -\sin \phi \cdot \sin \beta \times \vec{y} \\ \sin \phi \cdot \cos \beta \times \vec{z} \end{cases}$$

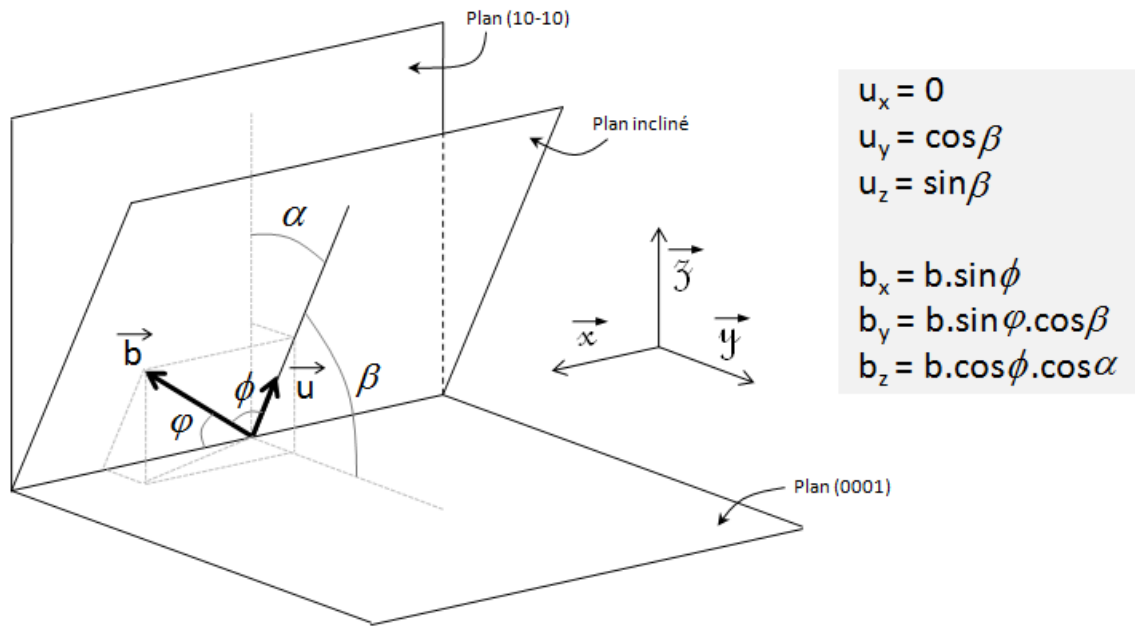


Figure I-11 : dislocation traversante de vecteur directeur \vec{u} et de vecteur de Burgers \vec{b}

Pour une dislocation traversante pure coin $\beta = \phi = 90^\circ$ et $\alpha = 0^\circ$, et pour une dislocation traversante mixte $a+c$ $\beta = 90^\circ$ et $\alpha = 0^\circ$.

Seule la contrainte résolue dans le plan de glissement peut faire bouger la dislocation dans son propre plan de glissement. L'expression de la force de Peach-Koehler dans le cas d'une contrainte biaxiale, nous montre bien qu'il est impossible de faire glisser les dislocations traversantes de type coin (a et $a+c$) vers l'interface puisque la contrainte résolue dans les plans prismatiques est nulle. Les dislocations traversantes de type coin (a et $a+c$) ne peuvent donc pas glisser sous l'effet de cette force pour aligner un segment parallèle au plan de croissance (0001). Ce phénomène d'inclinaison des dislocations traversantes de type coin doit donc s'apparenter à une montée de dislocation plutôt qu'à un processus de glissement. Les seules forces qui agissent sur les dislocations traversantes et qui pourraient les faire sortir de leur plan de glissement (10-10) sont à relier à d'autres mécanismes (cinétique de surface, ...). Au cours de la croissance du matériau, le cœur de la dislocation traversante interagit à chaque instant avec la surface. Par conséquent, ce processus de montée de la dislocation traversante devrait être influencé par les conditions de croissance et les processus physico-chimiques de surface. Ce point sera discuté dans le **Chapitre III paragraphe III11b**, et nous verrons au **paragraphe III21** l'influence que peut avoir la température de croissance sur ce mécanisme de montée des dislocations traversantes.

Toutes ces dislocations traversantes peuvent également interagir entre elles et former des demi-boucles de dislocations induites par la recombinaison de deux dislocations dans le plan de croissance (0001). Une demi-boucle est constituée de la combinaison de deux segments de dislocations

traversantes et d'un segment de dislocation dans le plan de croissance (**Figure I-12**). Seules les dislocations traversantes de vecteurs de Burgers opposés seront susceptibles d'interagir entre elles. Pour que ce mécanisme apparaisse, étant donné qu'il s'agit d'un phénomène de montée, il faut que les deux dislocations alignent leur demi-plan supplémentaire, donc qu'elles soient dans le même plan (11-20). Ceci semble donc rendre ce mécanisme assez peu efficace pour relaxer la contrainte biaxiale. Notons que contrairement aux matériaux cubiques, les segments des demi-boucles se formeront au sein de la couche et seront figés puisqu'il n'existe pas de plan de glissement favorable à leur mouvement jusqu'à l'interface. Seule la partie de la ligne parallèle au plan de croissance est active en ce qui concerne la relaxation de la contrainte biaxiale, et dans notre cas la relaxation s'opérera par les segments de dislocations possédant une composante coin dans ce même plan.

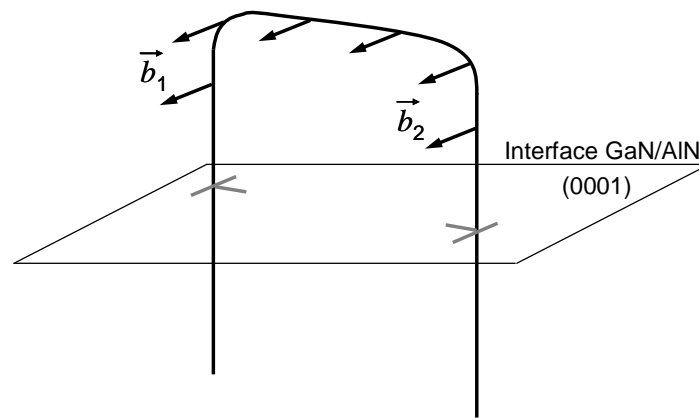


Figure I-12 : schéma d'une demi-boucle de dislocations formée dans le plan de croissance à partir de l'interaction entre deux dislocations traversantes coins (type a) de vecteur de Burgers opposés

Fissuration

Ce type de relaxation est observé pour de fortes contraintes extensives, par exemple au cours du refroidissement dans le cas de l'épitaxie de nitrures sur substrats silicium ou SiC, ou encore lors de l'épitaxie sur GaN d'alliages (Al,Ga)N riches en aluminium. Les fissures se forment selon des plans cristallographiques correspondant aux plans de clivage, et donc selon les directions $\langle 11-20 \rangle$ et $\langle 10-10 \rangle$. Compte tenu des énergies de surface calculées par J.E. Northrup et J. Neugebauer [55], 1,89 J/m² pour le plan (10-10) et 1,97 J/m² pour le plan (11-20), la fissuration se fera principalement par la création de surfaces libres (10-10). Plus l'énergie à relaxer est importante, plus la densité de fissures est grande, et il est clair que ce type de relaxation est rédhibitoire à la réalisation de dispositifs électroniques ou optoélectroniques. Nous verrons par la suite qu'il est possible de repousser l'épaisseur critique de fissuration par une ingénierie judicieuse de la contrainte des couches épitaxiées.

c. Taux de relaxation

On définit le taux de relaxation $\tau = 0 \%$ lorsque le matériau est parfaitement contraint, et $\tau = 100 \%$ lorsque le matériau retrouve son paramètre de maille relaxé. La déformation résiduelle \mathcal{E} d'un film épitaxié sur un substrat peut être exprimée en fonction de la déformation élastique initiale \mathcal{E}_{elast} , du taux de relaxation plastique τ , et de la déformation thermo-élastique \mathcal{E}_{thfilm} :

$$\mathcal{E} = (1 - \tau) \cdot \mathcal{E}_{elast} + \mathcal{E}_{thfilm} \quad \text{Equation I-16}$$

I25. Mesure des contraintes

a. RHEED

Le RHEED (diffraction d'électrons de haute énergie en incidence rasante) est un outil de caractérisation *in situ* couramment utilisé sur les bâtis de croissance EJM (Epitaxie par Jet Moléculaire, voir **paragraphe I32**). Il permet, entre autres, de suivre l'évolution du paramètre de maille de surface du matériau déposé, et donc de déterminer la variation de la déformation dans le plan de croissance (déformation biaxiale) à la température de croissance. Cette méthode donne une vision en temps réel de l'état de contrainte de surface de la couche déposée. Pour plus de précision sur ces outils de caractérisation, voir **paragraphe I32c** et **Annexe A11**.

b. Courbure de l'échantillon

La mesure de la courbure de l'échantillon permet de remonter à l'état de contrainte total de la structure. En effet, la courbure dépend de l'équilibre des contraintes de chacune des couches de la structure, et la formule de Stoney [56] propose une relation simple entre la contrainte biaxiale du film déposé (σ_f) et la courbure du substrat (κ):

$$\sigma_f h_f = M_f h_f \varepsilon_f = M_s h_s^2 \kappa / 6 \quad \text{Equation I-17}$$

avec M le module d'élasticité biaxial, h l'épaisseur et ε la déformation. Les indices f et s font respectivement référence au *film déposé* et au *substrat*. Notons que cette approximation linéaire est valable seulement pour $h_f \ll h_s$ et pour de faibles valeurs de la contrainte σ . Des calculs exacts ont été développés pour les courbures importantes [57]. Tous les calculs réalisés dans ce manuscrit sont

basés sur les valeurs de modules à température ambiante $M_{\text{GaN}} = 478 \text{ GPa}$ et $M_{\text{Si}} = 229 \text{ GPa}$ [38, 58, 59], avec une épaisseur de substrat $2''$ de $380 \mu\text{m}$.

La courbure d'un échantillon résultant de l'addition des contraintes présentes dans chaque couche de la structure, la comparaison de sa valeur ou de son évolution ne peut se faire rigoureusement que pour des empilements identiques en épaisseurs et matériaux utilisés.

La mesure de courbure peut se faire *in situ*, et suivre ainsi l'évolution de la contrainte totale de la structure au cours de la croissance, ou bien *ex situ*, et rendre compte de l'état de contrainte résiduelle à température ambiante. Dans cette étude nous avons utilisé un équipement développé par la société allemande LAYTEC dans le cadre d'une collaboration avec le laboratoire commun CRHEA-RIBER. Plus de précisions sur la mesure de courbure sont données en **Annexe A14**.

c. Diffraction des rayons X (DRX)

Cette technique fournit des informations sur la structure cristalline des films épitaxiés (voir **Annexe A12**) et permet, entre autres, de rendre compte de l'état de contrainte des couches composant la structure. En effet, le balayage des réflexions symétriques $(000l)$ permet de sonder l'axe Q_z du réseau réciproque et de remonter au paramètre de maille c de la structure hexagonale *wurtzite* des composés nitrures. Cependant, même si les rayons X pénètrent toute la structure ainsi qu'une partie du substrat, le spectre obtenu est dominé par les couches de meilleure qualité de chacun des matériaux déposés. Par conséquent, la qualité cristalline allant en s'améliorant avec l'épaisseur du matériau déposé, la diffraction des rayons X rend plutôt compte de l'état de contrainte des couches de surface.

d. Photoluminescence (PL)

Cette technique permet d'étudier les semiconducteurs du point de vue de leurs propriétés optiques (voir **Annexe A21**). Comme nous l'avons vu au **paragraphe I12**, l'énergie E_A de l'exciton libre A mesurée par PL et R à 10K varie linéairement avec la déformation biaxiale ϵ_{xx} mesurée par DRX à 300K (**Figure I-6**). Nous pouvons donc remonter de façon empirique à la déformation biaxiale ϵ_{xx} à partir de la position en énergie E_A de l'exciton libre A :

$$\epsilon_{xx} = -\left(\frac{E_A - 3,478}{9}\right) \quad \text{Equation I-18}$$

L'intensité transmise diminuant avec l'épaisseur traversée, la photoluminescence ne sonde que la partie superficielle de la structure (~300 nm pour les UV dans GaN). Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, c'est aussi le matériau proche de la surface qui participe majoritairement au

spectre de diffraction des rayons X. Par conséquent, l'évolution de l'énergie de l'exciton libre A du GaN ne permet de remonter au travers de l'**Equation I-18** qu'à l'état de contrainte des couches de surface.

I3. Techniques de croissance

Trois techniques de croissance sont habituellement utilisées pour l'épitaxie des structures à base d'éléments nitrures :

- l'Épitaxie par Jets Moléculaires (EJM, ou MBE en anglais)
- l'Épitaxie en Phase Vapeur d'Organo-Métalliques (EPVOM, ou MOVPE en anglais)
- l'Épitaxie en Phase Vapeur aux Halogénures (EPVH, ou HVPE en anglais)

	EJM	EPVOM	EPVH
Pression de croissance*	$10^{-5} - 10^{-11}$ Torr	50 - 500 mbar	0,5 - 1 bar
Température du substrat	500 - 900 °C	700 - 1100 °C	900 - 1100°C
Vitesse de croissance	0,1 - 1 $\mu\text{m/h}$	> 1 $\mu\text{m/h}$	10 - 100 $\mu\text{m/h}$
Précurseurs	NH ₃ , N ₂ , sources solides métallique (Ga, Al, In)	NH ₃ , Triméthyl-Ga -Al -In	HCl, NH ₃ , bain métallique (Ga, Al)
Remarques	<ul style="list-style-type: none"> - Contrôle des épaisseurs, des compositions et maîtrise des interfaces. - Contrôle <i>in situ</i> de la croissance. - Phase de développement. 	<ul style="list-style-type: none"> - Croissance rapide. - Plateau multi-substrats et substrats grande dimension. - Production industrielle . 	<ul style="list-style-type: none"> - Couches épaisses de substrats - GaN autosupportés. - Production industrielle.

* 1 mbar = 0,75 Torr = $9,869 \cdot 10^{-4}$ atm = 1 hPa

Tableau I-7 : principales caractéristiques des trois techniques de croissance généralement utilisées pour l'épitaxie de structures à base d'éléments nitrures

Pour cette étude nous avons principalement utilisé un bâti EJM Riber Compact 21T (injecteur NH₃ et cellule plasma N₂) installé dans le cadre du laboratoire commun CRHEA-RIBER. Certains échantillons ont été réalisés à PICOGIGA dans un bâti EJM Vacuum Generators VG V90 (injecteur NH₃). Au **Chapitre IV**, les échantillons dopé Fer ont été en partie réalisés par EPVOM au CRHEA (Thomas Swan CCS 3x2'') et par la société Lumilog (Thomas Swan CCS 7x2''), et les échantillons dopé Carbone on été réalisés dans un bâti EJM SVTA S35N au laboratoire NRC-IMS (Institute for Microstructures Sciences - National Research Council Canada) [60].

I31. L'épitaxie en phase vapeur

a. L'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM)

Cette technique de croissance utilise des composés organo-métalliques pour l'apport des éléments III (Al, Ga, In) tels que le triméthylgallium (TMGa), le triméthylaluminium (TMAI) et le triméthylindium (TMIn). Ces composés organo-métalliques sont acheminés par un gaz vecteur (hydrogène H ou azote N₂) et leur pyrolyse en surface de l'échantillon chauffé permet de libérer l'élément III. L'ammoniac NH₃ est utilisé comme précurseur d'azote N₂. La pression, la température, le rapport V/III ou encore la présence ou non d'hydrogène dans le réacteur auront des conséquences importantes sur le mode de croissance et la qualité des couches épitaxiées. En particulier, le couple pression-température jouera fortement sur les vitesses de croissance latérale et verticale. Cet aspect, moindre en EJM (basses températures et plus faible mobilité des espèces en surface) est très important pour la croissance de GaN à faible densité de dislocations traversantes par la technique ELO (Epitaxial Lateral Overgrowth) classique.

L'EPVOM permet des croissances rapides sur des substrats de grande dimension (>4'') et des plateaux multi-substrats, avec l'obtention de couches de qualité cristallographique correcte. C'est la technique la plus répandue et la mieux adaptée à la production de structures épaisses et élémentaires. Elle présente l'intérêt d'une mise en œuvre très souple à coût raisonnable, et elle est très majoritairement utilisée aujourd'hui dans l'industrie des semi-conducteurs pour la fabrication de composants (Diodes Electro-Luminescentes DEL, Transistors Bipolaires à Hétérojonctions TBH, HEMTs, Lasers à multi puits quantiques, etc).

L'évolution de la technique avec notamment l'utilisation de pressions réduites d'épitaxie et l'introduction de moyens de contrôle *in situ* en temps réel de la croissance (ellipsométrie, réflectométrie) permet de contrôler maintenant des épaisseurs de l'ordre de la monocouche avec de faibles rugosités et des qualités d'interfaces de grande qualité. Ainsi, il est possible de réaliser par cette technique des composants électroniques ou optoélectronique comportant des empilements de faible dimensionnalité.

b. L'épitaxie en phase vapeur aux halogénures (EPVH)

L'EPVH est une technique d'épitaxie en phase vapeur qui permet d'obtenir des matériaux d'excellente qualité électronique et structurale avec des vitesses de croissance très importantes (~100 μm/h). Elle est donc adaptée à la production de couches épaisses (de 100 μm à quelques mm). Pour les composés III-N, l'EPVH est essentiellement utilisée pour la fabrication de substrats autosupportés de GaN et d'AlN.

I32. L'épithaxie par jets moléculaires (EJM)

a. Principe

L'EJM consiste à faire interagir, dans une enceinte à très basse pression résiduelle ($P \sim 10^{-11}$ Torr), des flux atomiques ou moléculaires sur un substrat porté à une température appropriée à la croissance épithaxiale. L'EJM de structures à base de composés III-N utilise des sources solides de composés III (Al, Ga, In) chauffées au dessus de leur point de fusion. La pression de vapeur des éléments est contrôlée via la température des creusets qui les contiennent. L'élément N quand à lui est apporté soit par une source produisant des radicaux à partir de l'azote N_2 (injecteur très haute température ou source plasma RF), soit par une source gazeuse (injecteur ammoniac NH_3). Du fait des très basses pressions régnant dans la chambre de croissance, les atomes évaporés depuis les cellules d'effusion ne subissent aucune interaction jusqu'à leur arrivé sur le substrat. C'est ce régime moléculaire qui a donné son nom à l'épithaxie par « jets moléculaires ». Dans le cas d'une source gazeuse, la dissociation des espèces se fait ici par craquage thermique à la surface du substrat.

En comparaison avec d'autres techniques d'épithaxie, l'EJM présente un certain nombre d'avantages :

- La possibilité d'interrompre rapidement les flux à l'aide de caches placés en extrémité de cellule permet un contrôle de l'épaisseur des couches et des modulations de composition à l'échelle d'un plan moléculaire.
- L'utilisation de températures relativement basses permet de limiter les phénomènes d'interdiffusion aux interfaces. De plus, ces faibles températures de croissance permettent de minimiser les contraintes liées à la différence des coefficients d'expansion thermique des couches épithaxiées et du substrat. L'ingénierie des contraintes s'en trouve donc facilitée.
- L'environnement ultravide autorise la mise en œuvre de plusieurs techniques de contrôle *in situ* de la croissance et du suivi de l'état de surface (RHEED, microscopie à effet tunnel).
- La faible consommation de matériaux sources et la sécurité.

L'EJM est donc particulièrement bien adaptée à la croissance de structures multicouches complexes où les couches élémentaires sont extrêmement minces et où les interfaces doivent être abruptes (HEMTs, puits et boîtes quantiques, DELs, LASERs, etc).

Cependant, si l'EJM des composés III-V classiques (Arséniures – Phosphures notamment) est maintenant parfaitement maîtrisée et qualifiée pour la production de composants micro- et opto-

électroniques, il n'en est pas encore tout à fait de même pour l'épitaxie des composés nitrures. L'EJM des composés III-N est apparue assez tardivement et est encore en phase de développement. A l'heure actuelle l'enjeu est d'arriver à stabiliser les procédés de manière à pouvoir entrer en phase de production. Un bâti EJM Riber 49 (3'', 4'', 6'') est actuellement en phase de qualification chez Picogiga pour la production d'hétérostructures (Al,Ga)N sur substrats Si, SiC et SopSiC (Silicon on poly SiC). Bien que l'EJM soit une méthode avantageuse du point de vue du contrôle de la croissance et du dopage, son développement a pris du retard face à celui de l'EPVOM. La raison principale est la nécessité d'atteindre des températures de croissance élevées, d'une part pour dissocier les molécules apportant l'élément N, et d'autre part pour permettre une diffusion de surface des espèces suffisante pour obtenir des croissances 2D. Pour cela, l'EPVOM est mieux adaptée de part son principe (chauffage par suscepteur et non par Infra-Rouge comme en EJM), et dans le cas des composés III-N, la pression favorise les passages 3D-2D, ce qui est important pour éliminer les défauts. Enfin, l'EJM est moins bien adaptée que l'EPVOM et surtout que l'EPVH à la croissance de couches épitaxiales « épaisses » (>5µm) et à la croissance de matériaux à forte énergie de cohésion, en particulier lorsqu'une forte pression d'un élément source est nécessaire (limite du régime de jets moléculaires).

b. Processus physico-chimique et modes de croissance

Lors de la croissance de couches minces par EJM, plusieurs processus de nature physico-chimiques interviennent. La **Figure I-13** illustre les principaux phénomènes.

- L'adsorption des atomes et/ou molécules frappant la surface. Il existe deux types d'adsorption :
 - La physisorption qui fait référence au cas de non transfert d'électrons entre atomes déposés et atomes du réseau cristallin de surface (forces attractives de type Van der Waals).
 - La chimisorption qui correspond à un transfert d'électrons et donc à la formation de liaisons chimiques entre atomes déposés et atomes du réseau cristallin de surface.
- La migration en surface des molécules adsorbées ainsi que leur dissociation.
- L'incorporation d'atomes dans des sites cristallins énergétiquement favorables (lacunes ou bords de marche).
- La nucléation d'îlots avec d'autres atomes présents à la surface.
- La désorption thermique des espèces non incorporées dans le réseau cristallin.

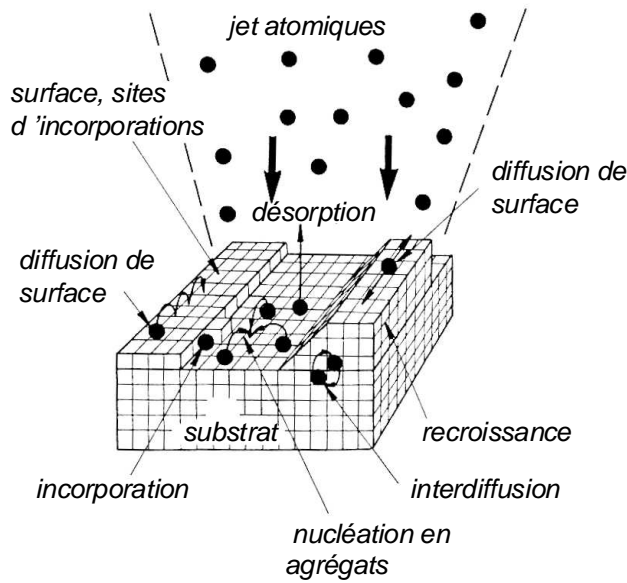


Figure I-13 : schéma de l'ensemble des phénomènes pouvant se produire pendant l'épitaxie par jets moléculaires

Trois modes de croissance sont observables :

- Le mode de croissance *tridimensionnelle* (Volmer-Weber) : des amas de matière sont nucléés directement à la surface du substrat et grossissent en îlots. Ce mode de croissance est observé lorsque les atomes de la couche déposée sont plus fortement liés entre eux qu'au substrat. A l'équilibre thermodynamique on peut relier les tensions superficielle et interfaciale à la forme de l'îlot à l'aide de la formule de Young (**Figure I-14(a)**) ou du théorème de Wulff (**Figure I-14(b)**), selon l'anisotropie de l'énergie superficielle.

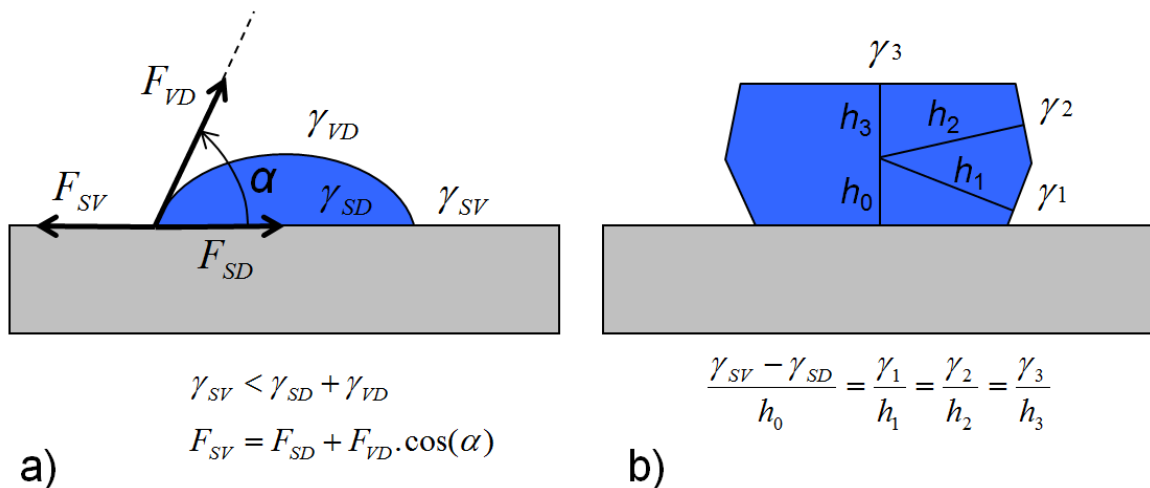


Figure I-14 : relation entre la forme de l'îlot et les énergies superficielle et interfaciale dans la croissance tridimensionnelle

- Le mode de croissance *bidimensionnelle* (Frank Van der Merwe) : des couches moléculaires complètes de matériau se forment et se superposent les unes aux autres, et la surface reste atomiquement plane au cours du dépôt. Ce mode de croissance est observé lorsque les atomes de la couche déposée sont plus fortement liés au substrat qu'entre eux. En terme d'énergie superficielle, on s'attend à avoir ce type de croissance si $\gamma_{SV} > \gamma_{SD} + \gamma_{VD}$, où S, V et D désignent respectivement le substrat, le vide et le dépôt.
- Le mode de croissance 2D-3D (Stranski-Krastanov) : c'est un mode de croissance intermédiaire qui débute comme celui de Franck Van der Merwe (croissance 2D), puis devient comme celui de Volmer-Weber (croissance 3D) au bout de quelques monocouches atomiques. On observe alors la nucléation puis la croissance d'îlots sur une couche de mouillage.

c. Outils de contrôle de la croissance

La technique EJM est adaptée à l'implémentation de techniques de contrôle *in situ* de la croissance telles que le RHEED, la réflectivité, la microscopie à effet tunnel, ou encore le LEED (diffraction d'électrons à basse énergie), l'XPS (spectroscopie de photoélectron X) et la spectroscopie d'électrons Auger.

Pour l'étude, le contrôle de la croissance dans le réacteur EJM Riber Compact 21T a essentiellement été réalisé via le RHEED et la réflectivité.

Le RHEED permet de caractériser l'état de surface de la couche en cours de croissance. Un faisceau d'électrons accéléré par une haute tension (10 à 50 kV ; $0,06 < \lambda < 0,15 \text{ \AA}$) vient frapper la surface de l'échantillon avec une incidence rasante (1 à 3°). Par conséquent, le faisceau ne pénètre la couche que d'une dizaine d'angströms, et seuls les premiers plans atomiques participent à la diffraction. Les électrons diffractés sont recueillis sur un écran phosphorescent sur lequel est alors observé l'interception du réseau réciproque de la surface avec la sphère d'Ewald du faisceau d'électrons. L'aspect du diagramme de RHEED nous informe sur le caractère structural de la surface (rugosité, facettes, etc), les paramètres de maille dans le plan, ainsi que sur les reconstructions de surface. De plus, l'évolution de l'intensité de la tâche spéculaire (oscillations de RHEED) nous informe sur le taux de recouvrement de la surface, ce qui permet, dans le cas d'une croissance par coalescence d'îlots 2D, de mesurer la vitesse de croissance et l'épaisseur des couches épitaxiées. Plus de précisions sur la mesure RHEED sont données en **Annexe A11**.

La réflectivité optique en incidence normale permet une mesure précise de l'épaisseur des couches au cours de leur dépôt. La mesure repose sur l'utilisation des lois d'interférences : l'épaisseur déposée peut être déduite des oscillations de l'intensité d'un faisceau réfléchi d'une source lumineuse (laser, fibre optique, lampe à incandescence). En effet, au cours de la croissance, la différence des indices de réfraction entre le GaN et l'AlN, ou encore le substrat, induit des phénomènes d'interférences constructives et destructives. L'intensité du signal lumineux réfléchi par l'échantillon varie en fonction de l'épaisseur déposée avec une période $T = \lambda/2n$ (λ la longueur d'onde du faisceau émis et n l'indice de réfraction de la couche déposée). Du spectre de réflectivité on peut donc en déduire la vitesse de croissance à la température d'épitaxie $v = 1/2nT$.

Références du Chapitre I

- [1] O. Ambacher, B. Foutz, J. Smart, J. R. Shealy, N. G. Weimann, K. Chu, M. Murphy, A. J. Sierakowski, W. J. Schaff, L. F. Eastman, R. Dimitrov, A. Mitchell and M. Stutzmann, *Journal of Applied Physics* **87**, 334-344 (2000).
- [2] B. Daudin, J. L. Rouvière and M. Arlery, *Materials Science and Engineering B* **43**, 157-160 (1997).
- [3] M. H. Wong, S. Rajan, R. M. Chu, T. Palacios, C. S. Suh, L. S. McCarthy, S. Keller, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Physica Status Solidi (a)* **204**, 2049-2053 (2007).
- [4] S. Rajan, A. Chini, M. H. Wong, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Journal of Applied Physics* **102** (2007).
- [5] S. Keller, C. S. Suh, Z. Chen, R. Chu, S. Rajan, N. A. Fichtenbaum, M. Furukawa, S. P. DenBaars, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Journal of Applied Physics* **103** (2008).
- [6] M. A. Moram and M. E. Vickers, *Rep. Prog. Phys.* **72**, 036502 (2009).
- [7] M. Leszczynski, H. Teisseyre, T. Suski, I. Grzegory., M. Bockowski, J. Jun, S. Porowski, K. Pakula, J. M. Baranowski, C. T. Foxon and T. S. Cheng, *Applied Physics Letters* **69**, 73-75 (1996).
- [8] S. Strite and H. Morkoç, *J. Vac. Sci. Technol. B* **10**, 1237 (1992).
- [9] J. Wu, W. Walukiewicz, K. M. Yu, J. W. Ager, S. X. Li, E. E. Haller, H. Lu and W. J. Schaff, *Solid State Communications* **127**, 411-414 (2003).
- [10] Q. S. Paduano, D. W. Weyburne, L. O. Bouthillette, S.-Q. Wang and M. N. Alexander, *Japanese Journal of Applied Physics* **41**, 1936 (2002).
- [11] I. Vurgaftman, J. R. Meyer and L. R. Ram-Mohan, *Journal of Applied Physics* **89**, 5815-5875 (2001).
- [12] T. J. Ochalski, B. Gil, P. Lefebvre, N. Grandjean, M. Leroux, J. Massies, S. Nakamura and H. Morkoc, *Applied Physics Letters* **74**, 3353-3355 (1999).
- [13] S. R. Lee, A. F. Wright, M. H. Crawford, G. A. Petersen, J. Han and R. M. Biefeld, *Applied Physics Letters* **74**, 3344-3346 (1999).
- [14] M. Leroux, S. Dalmaso, F. Natali, S. Helin, C. Touzi, S. Laügt, M. Passerel, F. Omnes, F. Semond, J. Massies and P. Gibart, *Physica Status Solidi (b)* **234**, 887-891 (2002).
- [15] F. Natali, D. Byrne, M. Leroux, F. Semond and J. Massies, *Solid State Communications* **132**, 679-682 (2004).
- [16] B. Gil, «Group III Nitride semiconductor compounds», Oxford science publications, (1998).
- [17] B. Gil, O. Briot and R.-L. Aulombard, *Physical Review B* **52**, R17028 (1995).
- [18] M. Tchounkeu, O. Briot, B. Gil, J. P. Alexis and R.-L. Aulombard, *Journal of Applied Physics* **80**, 5352-5360 (1996).
- [19] W. Shan, R. J. Hauenstein, A. J. Fischer, J. J. Song, W. G. Perry, M. D. Bremser, R. F. Davis and B. Goldenberg, *Physical Review B* **54**, 13460 (1996).
- [20] W. G. Perry, T. Zheleva, M. D. Bremser, R. F. Davis, W. Shan and J. J. Song, *J. Electron. Mater.* **26**, 224 (1997).

- [21] A. Shikanai, T. Azuhata, T. Sota, S. Chichibu, A. Kuramata, K. Horino and S. Nakamura, *Journal of Applied Physics* **81**, 417-424 (1997).
- [22] H. Lahreche, M. Leroux, M. Laugt, M. Vaille, B. Beaumont and P. Gibart, *Journal of Applied Physics* **87**, 577-583 (2000).
- [23] E. Feltin, Hétéro-épitaxie de Nitrure de Gallium sur substrat de silicium (111) et applications, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat** (2003).
- [24] H. Lahrèche, Croissance de nitrures d'éléments III par Epitaxie en Phase Vapeur d'Organo-Métalliques sur substrats 6H-SiC et Si(111): applications aux transistors à effet de champ, Université de Nice - Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat** (2000).
- [25] B. Lucznik, B. Pastuszka, I. Grzegory, M. Bockowski, G. Kamler, E. Litwin-Staszewska and S. Porowski, *Journal of Crystal Growth* **281**, 38-46 (2005).
- [26] I. Grzegory, M. Bockowski, B. Lucznik, S. Krukowski, Z. Romanowski, M. Wróblewski and S. Porowski, *Journal of Crystal Growth* **246**, 177-186 (2002).
- [27] H. Yamane, M. Shimada, S. J. Clarke and F. J. DiSalvo, *Chemistry of Materials* **9**, 413-416 (1997).
- [28] F. Kawamura, H. Umeda, M. Morishita, M. Kawahara, M. Yoshimura, Y. Mori, T. Sasaki and Y. Kitaoka, *Japanese Journal of Applied Physics* **45**, L1136-L1138 (2006).
- [29] R. Dwilinski, R. Doradzinski, J. Garczynski, L. P. Sierzputowski, A. Puchalski, Y. Kanbara, K. Yagi, H. Minakuchi and H. Hayashi, *Journal of Crystal Growth* **In Press, Corrected Proof**, DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2009.01.052.
- [30] D. Ducatteau, A. Minko, V. Hoel, E. Morvan, E. Delos, B. Grimbert, H. Lahreche, P. Bove, C. Gaquiere, J. C. D. Jaeger and S. Delage, *IEEE Electron Device Letters* **27**, 7-9 (2006).
- [31] F. Semond, Y. Cordier, N. Grandjean, F. Natali, B. Damilano, S. Vézian and J. Massies, *Physica Status Solidi (a)* **188**, 501-510 (2001).
- [32] S. Joblot, F. Semond, Y. Cordier, P. Lorenzini and J. Massies, *Applied Physics Letters* **87**, 133505-3 (2005).
- [33] J. W. Johnson, J. Han, A. G. Baca, R. D. Briggs, R. J. Shul, J. R. Wendt, C. Monier, F. Ren, B. Luo, S. N. G. Chu, D. Tsvetkov, V. Dmitriev and S. J. Pearton, *Solid-State Electronics* **46**, 513-523 (2002).
- [34] B. F. H. Lahrèche, C. Richtarch, F. Letertre, R. Langer, P. Bove, *Materials Science Forum (ECSCRM 2004)*, 457-460 (2004).
- [35] M. Fieger, Y. Dikme, F. Jessen, H. Kalisch, A. Noculak, A. Szymakowski, P. Von Gemmern, C. R. B. Faure, F. Letertre, M. Heuken and R.H. Jansen, *Physica Status Solidi (c)* **2**, 2607-2610 (2005).
- [36] *III-V Review* **18**, 28 (2005).
- [37] *Compound Semiconductor* **11**, 24-26 (2005).
- [38] A. Polian, M. Grimsditch and I. Grzegory, *Journal of Applied Physics* **79**, 3343-3344 (1996).
- [39] A. F. Wright, *Journal of Applied Physics* **82**, 2833-2839 (1997).
- [40] C. Kittel, *Physique de l'état solide*, 7ème édition Dunod (1998).

- [41] J. J. Hall, *Physical Review* **161**, 756 (1967).
- [42] D. R. França and A. Blouin, *Meas. Sci. Technol* **15**, 859-868 (2004).
- [43] K. M. Taylor and C. Lenie, *J. Electrochem. Soc.* **107**, 308 (1960).
- [44] *Caractéristiques techniques de monocristaux de saphir*, Kyocera Corporation (1999).
- [45] Y. Okada and Y. Tokumaru, *Journal of Applied Physics* **56**, 314-320 (1984).
- [46] F. Widmann, B. Daudin, G. Feuillet, Y. Samson, M. Arlery and J. L. Rouviere, *MRS Internet J. Nitride Semicond. Res.* **2**, 20 (1997).
- [47] B. Damilano, N. Grandjean, F. Semond, J. Massies and M. Leroux, *Applied Physics Letters* **75**, 962-964 (1999).
- [48] T. Huault, J. Brault, F. Natali, B. Damilano, D. Lefebvre, L. Nguyen, M. Leroux and J. Massies, *Applied Physics Letters* **92**, 051911 (2008).
- [49] A. Bourret, C. Adelman, B. Daudin, J.-L. Rouvière, G. Feuillet and G. Mula, *Physical Review B* **63**, 245307 (2001).
- [50] S. Joblot, Croissance d'hétérostructures à base de GaN sur substrat de silicium orienté (001): application aux transistors à haute mobilité d'électrons, Université de Nice-Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat** (2007).
- [51] J. A. Floro, D. M. Follstaedt, P. Provencio, S. J. Hearne and S. R. Lee, *Journal of Applied Physics* **96**, 7087-7094 (2004).
- [52] S. Srinivasan, L. Geng, R. Liu, F. A. Ponce, Y. Narukawa and S. Tanaka, *Applied Physics Letters* **83**, 5187-5189 (2003).
- [53] A. E. Romanov and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **83**, 2569-2571 (2003).
- [54] J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of dislocations* 2nd edition, p.91, Wiley, New-York (1982).
- [55] J. E. Northrup and J. Neugebauer, *Physical Review B* **53**, R10477 (1996).
- [56] G. Stoney, *Proc. R. Soc. London A*, 82 (1909).
- [57] R. Clos, A. Dadgar and A. Krost, *Physica Status Solidi (a)* **201**, R75-R78 (2004).
- [58] J. J. Wortman and R. A. Evans, *Journal of Applied Physics* **36**, 153-156 (1965).
- [59] O. Madelung, M. Schulz and H. Weiss, *Landolt-Bornstein: Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology, Crystal and Solid State Physics, Semiconductors*, edited by K. H. Hellwege (Springer-Verlag, Berlin) (1982).
- [60] S. Haffouz, H. Tang, S. Rolfe and J. A. Bardwell, *Applied Physics Letters* **88**, 252114-3 (2006).

Chapitre

II

Tables des matières

II. Les HEMTs (Al,Ga)N/GaN.....	47
II1. Le marché des HEMTs III-N	47
II2. Principe de fonctionnement.....	49
II21. L'hétérostructure (Al,Ga)N/GaN.....	49
a. Polarisation	49
b. Gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG)	51
c. Paramètres influençant la mobilité des électrons	55
d. L'hétérojonction (Al,In)N/GaN	57
II22. Le transistor HEMT (Al,Ga)N/GaN	58
a. Contact métal-semiconducteur.....	59
b. Caractéristiques statiques du transistor	60
c. Caractéristiques dynamiques du transistor	61
II23. Etat de l'art	66
II3. Croissance III-N sur Si(111).....	70
II31. Le choix du substrat silicium orienté (111)	70
II32. HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111)	71
a. croissance de GaN sur substrat Si(111).....	71
b. Description de la structure HEMT de référence et des étapes clés	72
II4. Conclusion.....	77

II. Les HEMTs (Al,Ga)N/GaN

Depuis la première observation d'un gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG) à l'hétérojonction (Al,Ga)N/GaN en 1992 [1] et les premières performances en régime statique (DC) en 1993 [2] et en régime dynamique (RF) en 1996 [3], les domaines d'application du HEMT (Al,Ga)N/GaN ne cessent de se multiplier (HEMT = High Electron Mobility Transistor). De plus en plus, les applications faible bruit et faible consommation font partie de son domaine de prédilection, mais les hautes fréquences restent son application principale. C'est la maîtrise des techniques de croissance cristalline des composés III-N qui, ajoutée à la plus-value de l'utilisation de l'hétérojonction (Al,Ga)N/GaN, a permis le développement du HEMT III-N dont découle une nette amélioration fréquentielle comparé à son plus proche parent le MESFET GaN (Metal Semiconductor Field Effect Transistor). Aujourd'hui les traitements technologiques (profil de grille, traitement de surface, etc) jouent un rôle de plus en plus important dans la course aux performances de ces transistors.

II.1. Le marché des HEMTs III-N

Comme nous l'avons vu au **Chapitre I paragraphe I13**, les composés III-N sont des matériaux de choix pour la réalisation de dispositifs microélectroniques hyperfréquence et de puissance. La combinaison d'un champ de claquage important ($>5 \times 10^6 \text{ V.cm}^{-1}$ pour GaN) et d'une bonne conductivité thermique ($1,5 \text{ W.cm}^{-1}$ pour GaN) avec la possibilité d'atteindre des mobilités et des densités électroniques élevées (2DEG ; $\mu > 2000 \text{ cm}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$ et $N_s > 1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$) permet à la technologie GaN d'être aujourd'hui largement acceptée comme un véhicule pour les applications haute fréquence/haute puissance [4]. C'est le marché des communications sans fil et les applications militaires qui tirent le développement des transistors micro-onde. Actuellement, les dispositifs sont fabriqués sous forme de modules de puissance, de circuits hybrides, et dans une moindre mesure de circuits monolithiques (MMICs en anglais pour Monolithic Microwave Integrated Circuit) intégrant des transistors HEMTs et des diodes Schottky. Ils sont destinés à la transmission et à la réception de signaux hyperfréquence via des amplificateurs de puissance (PA en anglais pour Power Amplifier) et des amplificateurs à faible bruit (LNA en anglais pour Low Noise Amplifier), et peuvent également jouer le rôle de commutateur de puissance et de composants redresseurs.

Les transistors de puissance à base de composés III-N devraient trouver leur place dans les infrastructures commerciales de télécommunication sans fil et les terminaux mobiles. Le marché des stations de base de téléphonie mobile (435 Millions de dollars pour les générations 2G et 2,5G) est aujourd'hui largement dominé par les transistors de puissance LD-MOS à base de silicium (90% Si-LD-MOS, 10% GaAs pHEMT ou HBT). Environ 70% du coût des installations est dû aux

caractéristiques des transistors, notamment au problème de la dissipation thermique. De part ses avantages compétitifs, la technologie GaN est aujourd'hui prête à concurrencer le silicium inapproprié pour les hautes fréquences, et à implémenter les stations de base pour les générations 3G et 4G du réseau cellulaire (3G UMTS ou W-CDMA 1,9 et 2,1 GHz à 2 Mbit/s), les prochaines infrastructures Wi-MAX (2,5-2,7GHz/3,4-3,6GHz/5,73-5,85GHz) et les réseaux locaux sans fil de nouvelle génération (W-LAN 2,4-5GHz ; 1-54Mbit/s ; portée 80-200 m).

D'autres marchés sont également visés comme les communications satellites et la diffusion télévisuelle (TV Broadcasting, Bande C 4-8GHz à Ku 12-18GHz), ou encore les RADAR militaires (bande X, 8-12 GHz) et civils (radar automobiles longue portée 77GHz pour la régulation de vitesse ou courte portée 24GHz pour la détection des obstacles). La robustesse du GaN permet la réalisation de chaînes de réceptions plus simples, sans circuits de protection derrière l'antenne. De plus, la bonne stabilité thermique des composés III-N positionne cette technologie sur les marchés des amplificateurs *faible-bruit* et la génération de fréquence micro-ondes à haute pureté spectrale. Ce dernier secteur est aujourd'hui occupé par des technologies comme SiGe, GaAs et InP. Enfin, la technologie III-N est en passe d'adresser également le marché des commutateurs de puissance et des composants redresseur de type diode Schottky ou HEMTs. Les objectifs à remplir pour cette filière sont la fabrication à faible coût (substrat silicium de grande taille), le fonctionnement en mode bloqué (les HEMT standards sont en mode passant), une forte tension de claquage et une bonne dissipation thermique. Cependant, le SiC présente une conductivité thermique plus importante que les nitrures et il se présente donc comme le concurrent majeur du GaN pour cette application.

De nombreuses lignes pilote et lignes de production existent aujourd'hui (Picogiga, CREE, Nitronex, IQE, Eudyna, RFMD, Raytheon, TriQuint, NGST, Velox). Notons que Nitronex est le seul fournisseur actuel de modules de puissance à base de GaN sur substrat Silicium (W-CDMA 2GHz et infrastructures WI-MAX à 2,3-3,5GHz, ou encore des modules 10GHz sans doute réservés à des applications militaires). D'autres industriels ont récemment développé des produits pour ce type d'application mais sur substrat SiC qui est beaucoup plus coûteux (CREE et RFMD aux USA, Toshiba et Fujitsu au Japon, et ST Microelectronics en Europe). Des substrats 2'' de GaN auto-supportés, préalablement hétéroépitaxiés puis séparés de leur substrat hôte, sont aujourd'hui proposés (Lumilog, Sumitomo, TopGaN, CREE ATMI, Kyma, Hitachi Cable), mais le coût reste encore très élevé. Enfin, des acteurs comme NXP, Selex, UMS et OKI semblent également se positionner sur cette technologie III-N. Le **Tableau II-1** ci-dessous présente les principaux acteurs industriels de la technologie III-N pour les applications microélectroniques.

Acteurs III-N microélectronique	GaN autosupporté	GaN Saphir	GaN S.I SIC	GaN Silicium	GaN 3C-SiC Silicium
Fournisseurs (épiwafers)	Lumilog Sumitomo TopGaN CREE Kyma Hitachi Cable	TDI Hitachi Cable NTT Kyma OptoGaN AZZURRO Lumilog	CREE Hitachi Cable NTT Toyoda Gosei AZZURRO IQE, Kopin Picogiga	Nitronex AZZURRO Picogiga IQE	Toshiba Ceramic (TOCERA) Novasic
Fondeurs (dispositifs)	Lumileds Osram Nichia Toyoda Gosei	Lumileds Osram Nichia Toyoda Gosei Velox	CREE Fujitsu RFMD Northrop Grum. Kopin NXP Freescale NEC, TriQuint UMS	Nitronex OKI TriQuint MicroGaN UMS	
Applications	Puissance	Puissance	Fréquence	Puissance/Fréquence	Puissance/Fréquence

Tableau II-1 : principaux acteurs industriels de la technologie III-N pour les applications microélectroniques

II2. Principe de fonctionnement

II21. L'hétérostructure (Al,Ga)N/GaN

a. Polarisation

Comme nous l'avons vu au **Chapitre I paragraphe II1**, les composés III-N sont le siège d'une polarisation intrinsèque appelée « polarisation spontanée » (P_{sp}) qui se manifeste aux interfaces du matériau avec le vide ou avec un autre composé. Une estimation de la polarisation spontanée du matériau $Al_xGa_{1-x}N$ est donnée par O. Ambacher [5] :

$$P_{sp_{Al_xGa_{1-x}N}}(x) = -P_{AlN}x - P_{GaN}(1-x) + 0,021x(1-x) \quad \text{Equation II-1}$$

Sous l'effet d'une contrainte biaxiale, la déformation d'une telle structure *wurtzite* entraîne l'apparition d'une « polarisation piézoélectrique » (P_{pz}) qui ne présente qu'une seule composante suivant l'axe \vec{c} . Cette polarisation piézoélectrique vient s'ajouter à la polarisation spontanée en venant renforcer ou affaiblir l'effet de celle-ci selon le signe de la déformation (extension ou compression) et l'orientation initiale de la maille (polarité gallium ou azote). La polarisation piézoélectrique peut s'exprimer par l'équation suivante [6] :

$$P_{pz} = e_{33}\varepsilon_{zz} + e_{31}(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}) = 2\varepsilon_{xx} \left[e_{31} - e_{33} \frac{C_{13}}{C_{33}} \right] \quad \text{Equation II-2}$$

avec e_{ij} les coefficients piézoélectriques, C_{ij} les constantes élastiques et $\varepsilon_{xx} = (a-a_0)/a_0$ la déformation biaxiale (voir **Chapitre I paragraphe I23.b**).

Les valeurs des polarisations spontanées, des coefficients piézoélectriques et des constantes élastiques sont résumées dans le **Tableau II-2** ci-dessous :

	GaN	AlN
a Å	3,189	3,112
P_{sp} C/m ²	-0,029 [7]	-0,081 [7]
e_{31} C/m ²	-0,49 [7]	-0,60 [7]
e_{33} C/m ²	0,73 [7]	1,46 [7]
C_{13} GPa	106 [8]	108 [9]
C_{33} GPa	398 [8]	373 [9]

Tableau II-2 : paramètres de maille, polarisations spontanées [7], coefficients piézoélectriques [7] et modules élastiques pour GaN [8] et AlN [9]

Les composés nitrures présentent un champ de polarisation uniforme. Par conséquent, l'effet du champ de polarisation ne peut être observé qu'aux interfaces du matériau avec le vide ou avec un autre composé. Il se traduit donc par la présence de charges dites de polarisation sur les faces supérieures et inférieures du cristal, ou encore aux interfaces dans le cas d'hétérostructures. Dans le cas d'une hétérostructure (Al,Ga)N/GaN, l'effet du champ de polarisation piézoélectrique engendré par la déformation de la maille cristalline va renforcer ou affaiblir l'effet de la polarisation spontanée selon le signe de la déformation et l'orientation initiale de la maille (polarité Ga ou N). La **Figure II-1** représente une hétérostructure (Al,Ga)N/GaN de polarité gallium avec une couche (Al,Ga)N déformée en tension sur GaN (film pseudomorphique non relaxé d'une épaisseur de l'ordre de 20-25 nm) et une couche tampon GaN supposée ici légèrement contrainte en compression. En effet, comme nous le verrons dans les chapitres suivants, la couche tampon GaN peut se trouver contrainte en tension ou en compression, par exemple à cause des effets thermoélastiques cités au **Chapitre I paragraphe I23c**.

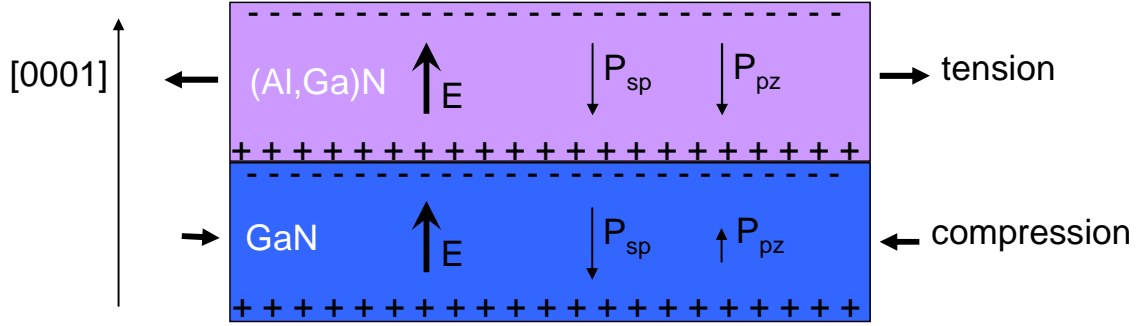


Figure II-1 : polarisations et champs dans une hétérostructure (Al,Ga)N/GaN de polarité gallium. La couche tampon GaN est supposée contrainte en légère compression

Dans le cas d'une structure de polarité gallium, une polarisation totale positive ($P = P_{dielec} + P_{sp} + P_{pz}$) sera orientée suivant la direction $\langle 000-1 \rangle$ ($P_{dielec} = \epsilon_0 \chi E = \epsilon_0 (\epsilon_r - 1) E$). Le vecteur déplacement s'écrira donc $D = \epsilon_0 E + P = \epsilon_0 \epsilon_r E + P_{sp} + P_{pz}$. La densité d'électrons étant nulle à l'extérieur ($D = 0$), le champ électrique interne s'écrira $E = -(P_{sp} + P_{pz}) / \epsilon_0 \epsilon_r$ suivant la direction $\langle 0001 \rangle$ ($\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r$). La discontinuité de polarisation ΔP à l'interface (Al,Ga)N/GaN (**Equation II-3**) est à l'origine d'une densité d'électrons N (**Equation II-4**).

$$\Delta P = (P_{sp} + P_{pz})_{AlxGa1-xN} - (P_{sp} + P_{pz})_{GaN} \quad \text{Equation II-3}$$

$$N = \left| \frac{\Delta P}{q} \right| = \left| \frac{\sigma}{q} \right| \quad \text{Equation II-4}$$

avec q la charge élémentaire ($1,60217733 \times 10^{-19}$ C) et σ la densité de charges de polarisation (C/m^2). La densité d'électrons N est généralement exprimée en électrons par cm^2 (cm^{-2}).

b. Gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG)

Le principe de l'hétérojonction a été proposé par R.L. Anderson en 1962. La juxtaposition d'un matériau semiconducteur à grand gap (barrière) et d'un matériau semiconducteur à plus petit gap (canal) implique une discontinuité des bandes de conduction et/ou de valence à l'hétéro-interface. Un dopage intentionnel de la barrière permet la formation d'un gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG) dans le canal [10]. Par conséquent, les électrons sont spatialement séparés des donneurs ionisés dont ils sont issus, ce qui leur confère une mobilité bien supérieure à celle rencontrée dans le matériau massif.

Dans le cas d'une hétérojonction (Al,Ga)N/GaN, la présence de forts champs de polarisation rend possible la formation d'un 2DEG d'une densité de l'ordre de $10^{13} cm^{-2}$ sans qu'aucun dopage intentionnel de la barrière (Al,Ga)N ne soit nécessaire. En effet, des charges de polarisation positives

apparaissent à l'interface (Al,Ga)N/GaN, et par interaction coulombienne celles-ci participent efficacement au confinement des électrons dans GaN. La première observation d'un gaz d'électrons bidimensionnel à l'hétérojonction (Al,Ga)N/GaN a été faite par M.A. Khan et al en 1992 [1]. Plusieurs sources d'électrons peuvent contribuer à cette accumulation d'électrons à l'hétéro-interface : la couche tampon GaN, la barrière AlGaN ou encore des états de surface. Cependant, la couche tampon GaN présente des dopages résiduels trop faibles (estimés bien inférieurs à 10^{16} cm^{-3}), tandis que le dopage résiduel de la barrière (analyse SIMS $\text{Al}_{0,20}\text{Ga}_{0,80}\text{N}$, [O] $\sim 2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) semble ne contribuer qu'en partie à la formation du 2DEG. Par conséquent, et même si l'origine physique des électrons du 2DEG est toujours sujette à controverse, les charges semblent être plus probablement liées à la présence de niveaux donneurs en surface [11-13] ou qui se comportent comme tels sous la surface [14]. Notons toutefois que d'autres modèles tels que celui d'Ibbetson [11] ou encore de Ridley [15] ne rendent pas complètement compte de l'évolution de la densité de charges dans le 2DEG avec l'évolution des structures (compositions et épaisseurs).

La **Figure II-2** représente le diagramme de bande de conduction d'une hétérostructure HEMT $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ en présence d'une couche superficielle (cap) de GaN. Nous ne prenons pas en compte le dopage résiduel de la barrière car son effet sur la densité de charges dans le canal est faible par rapport aux effets de polarisation.

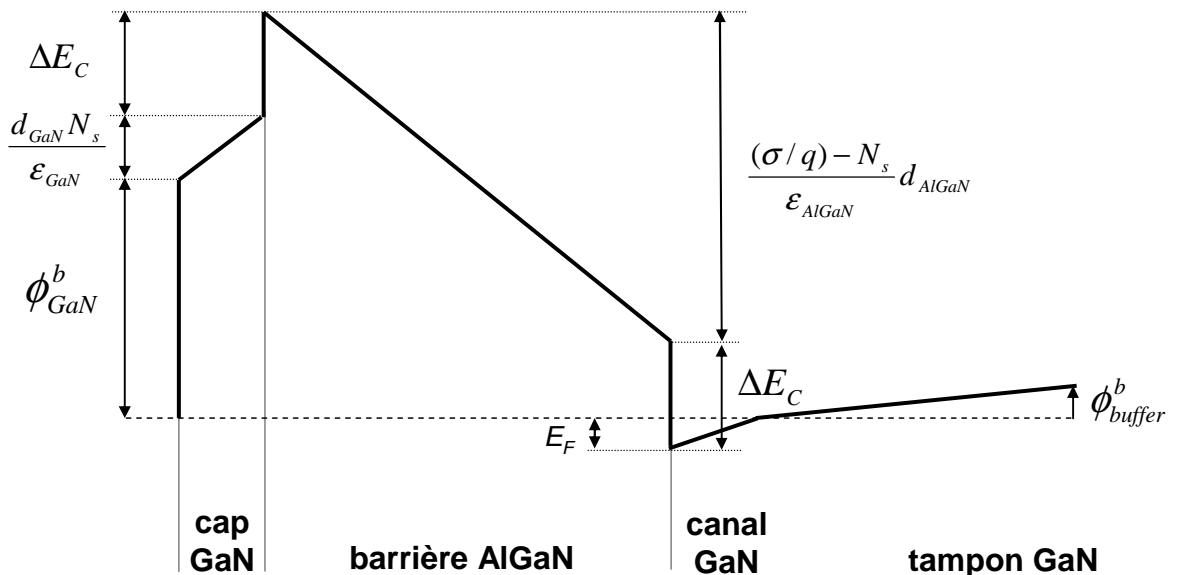


Figure II-2 : diagramme de la bande de conduction d'une structure AlGaN/GaN avec un cap GaN [16]

De la **Figure II-2** nous pouvons en déduire l'égalité suivante qui relie la position du niveau de Fermi aux paramètres de la structure et aux charges électriques :

$$\Delta E_C + \frac{d_{GaN} N_s}{\epsilon_{GaN}} + \phi_{GaN}^b = \frac{(\sigma / q) - N_s}{\epsilon_{AlGaN}} d_{AlGaN} + \Delta E_C - E_F \quad \text{Equation II-5}$$

La présence du cap GaN augmente la hauteur apparente de la barrière :

$$\phi_{eff}^b = \Delta E_C + \frac{d_{GaN} N_s}{\epsilon_{GaN}} + \phi_{GaN}^b \quad \text{Equation II-6}$$

avec :

ΔE_C la discontinuité de bande de conduction

E_F niveau d'énergie de Fermi

ϕ_{GaN}^b la hauteur de barrière pour GaN

d_{GaN} l'épaisseur du cap GaN

N_s la densité de charges surfacique dans le gaz d'électrons

ϵ_{GaN} et ϵ_{AlGaN} les permittivités absolues du GaN et de l'AlGaN

($\epsilon = \epsilon_r \epsilon_0$; $\epsilon_r^{GaN} = 10,2$ et $\epsilon_r^{AlN} = 9,6$; ϵ_r^{AlGaN} est obtenu par la loi de Végard)

σ la densité de charge de polarisation à l'interface AlGaN/GaN (C.m⁻²)

q la charge élémentaire de l'électron ($1,60217733 \cdot 10^{-19}$ C)

Une étude optique du cap GaN a révélé des champs électriques E plus importants que qN_s / ϵ , probablement dû à la présence de charges en surfaces qui courbent plus les bandes d'énergie [17] (**Annexe D**).

La valeur de la hauteur de barrière (Al,Ga)N est généralement tirée de la relation empirique [14, 15] :

$$\phi_{AlGaN}^b = (0,84 + 1,3x)eV \quad \text{Equation II-7}$$

La barrière de potentiel ϕ_{buffer}^b est estimé à 1eV [15] et correspond au blocage du niveau de Fermi par des défauts dans la région inférieure de la structure. La tension de seuil V_{th} , correspondant à la tension qu'il faut appliquer pour obtenir une densité de d'électrons nulle dans le 2DEG ($N_s = 0$), peut se formuler comme suit :

$$V_{th} = \phi_{GaN}^b - \sigma \frac{d_{AlGaN}}{\epsilon_{AlGaN}} + \phi_{buffer}^b \left(1 + \frac{d_{AlGaN} \epsilon_{GaN}}{d_{buffer} \epsilon_{AlGaN}}\right) \quad \text{Equation II-8}$$

Pour résoudre les **Equations II-7** ou **II-8**, il faut une équation supplémentaire reliant par exemple la position du niveau de Fermi (E_F) à la densité d'électrons (N_s) dans le 2DEG [18] ou faire un calcul complet de la résolution des équations de Schrödinger et de Poisson [19]. La densité d'électrons dans le 2DEG peut s'exprimer par la relation suivante [20]:

$$N_s = \frac{\epsilon_{AlGaN}}{qd_{AlGaN}} \left(Vg - \frac{E_F}{q} - V_{th}\right) \quad \text{Equation II-9}$$

Avec :

E_F la position du niveau de Fermi qui peut s'écrire en première approximation

$$E_F = E_0 + \frac{\pi \hbar^2 \cdot N_s}{m^*} \quad \text{avec } E_0 = \frac{3}{4} \left(\frac{\hbar^2}{2m^*} \right)^{1/3} \left(\frac{3 \cdot \pi^2 \cdot q \cdot N_s}{2 \epsilon_{AlGaN}} \right)$$

et $m^* = 0,2m_e$ la masse effective des électrons

Enfin, précisons qu'en principe la densité d'électrons dans le 2DEG dépendra de l'épaisseur de la barrière, de son taux d'aluminium et de son état de contrainte. Une densité d'électrons comprise entre $1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ et $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ sera obtenue pour une épaisseur d'AlGaN variant entre 20nm et 30nm avec un pourcentage d'aluminium compris entre 10% et 50%. Les densités d'électrons obtenues avec les composés III-N peuvent ainsi être jusqu'à 5 fois plus grandes que celles obtenues avec les autres composés III-V ($2\text{-}4 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ pour les pHEMTs GaAs, LMHEMTs InP et MMHEMTs).

La densité d'électrons N_s dans le 2DEG, leur mobilité μ , ainsi que la résistance de feuille R_{sh} du gaz bidimensionnel sont déduites des caractéristiques C(V) et Effet Hall (voir **Annexe A31 et A32**).

c. Paramètres influençant la mobilité des électrons

Les performances d'un transistor réalisé sur une telle hétérostructure (Al,Ga)N/GaN dépendront principalement des propriétés intrinsèques du gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG). La densité d'électrons N_s dans le 2DEG dépendra surtout de l'épaisseur de la barrière et de sa composition en aluminium. La mobilité des électrons quant à elle va dépendre de nombreux mécanismes de diffusion élastiques et inélastiques des porteurs sur les défauts de la structure : *donneurs ionisés* de la barrière et *donneurs résiduels* dans GaN, *rugosité d'interface*, *désordre d'alliage*, *dislocations traversantes* ou encore *phonons* acoustiques et optiques.

Cependant, la densité N_s dans le 2DEG va aussi conditionner la mobilité μ des électrons. Les calculs rendant compte de l'évolution de la mobilité électronique dans le cas des nitrures d'éléments III ont été développés au CRHEA [20]. La mobilité des électrons du 2DEG suit une courbe en cloche en fonction de la densité d'électrons et la **Figure II-3** montre les différentes contributions à la mobilité mesurée à température ambiante pour une structure HEMT $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ réalisée sur substrat Silicium(111).

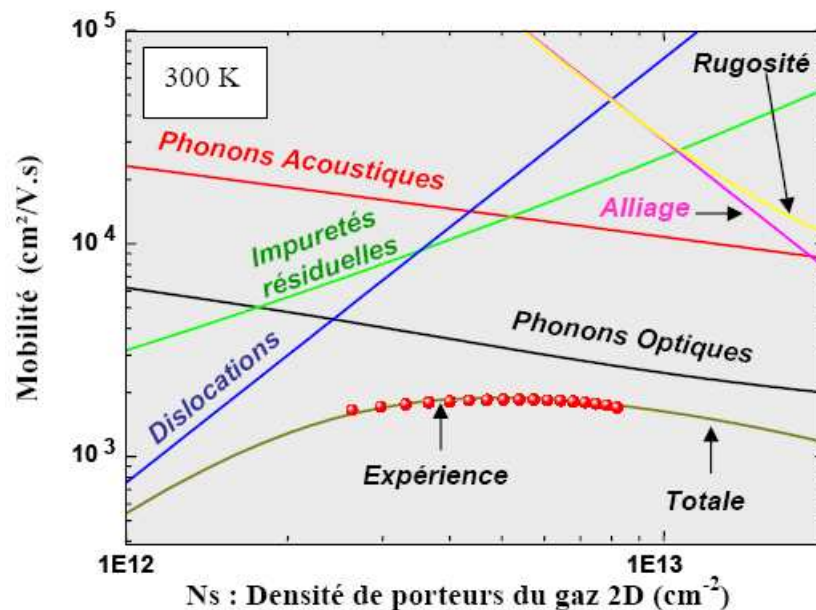


Figure II-3 : évolution expérimentale et simulée de la mobilité μ des électrons à température ambiante (300K) en fonction de la densité d'électrons N_s modulée par une grille pour une hétérostructure de type HEMT (Al,Ga)N/GaN réalisée sur substrat Silicium(111) (échantillon A392, HDR Philippe Lorenzini [20])

Dislocations traversantes et impuretés résiduelles

Les dislocations traversantes sont le premier facteur limitant la mobilité pour les faibles densités de charges, suivies par les impuretés résiduelles. L'influence des impuretés ionisées de la barrière (Al,Ga)N est très faible et dépend surtout de l'épaisseur de celle-ci. Les impuretés résiduelles du tampon GaN, avec des densités de l'ordre de 10^{14} à 10^{16} cm⁻³, ont également une influence très peu

notable. Les dislocations traversantes, pouvant être à l'origine assimilées à des centres accepteurs, après s'être chargées négativement, vont former à leur proximité une zone de charge d'espace induisant la diffusion élastique des électrons. Ces deux facteurs limitants sont partiellement écartés par la charge des électrons, ce qui explique une augmentation de la mobilité avec la densité de charges. Plus de précisions seront données au **Chapitre III paragraphe III11d** sur le type de dislocation présent dans les composés III-N ainsi que sur leur activité électrique.

Phonons Optiques et Acoustiques

L'effet des phonons (optiques et acoustiques) augmente à mesure que la densité de charges augmente. C'est la vibration du réseau cristallin en fonction de la température qui induit la génération de phonons. Les phonons acoustiques sont responsables du processus de diffusion inélastique des électrons pour des températures inférieures à 200K, tandis que les phonons optiques limiteront la mobilité pour des températures supérieures (**Figure II-4**).

Désordre d'alliage et Rugosité d'interface

A mesure que la densité N_s augmente, le gaz d'électrons se rapproche de l'interface (Al,Ga)N/GaN et se trouve par conséquent affecté par la structure de celle-ci. La diffusion élastique liée au désordre d'alliage dépend directement de la variation du taux d'aluminium dans la barrière (Al,Ga)N qui perturbe ainsi la périodicité du potentiel auquel est soumis l'électron du 2DEG. L'augmentation du taux d'aluminium dans la barrière conduit à des densités d'électrons plus grandes et une augmentation de leur confinement. Cependant, la diminution de la mobilité observée dans ce cas montre que c'est le rapprochement entre 2DEG et interface (Al,Ga)N/GaN qui est prépondérant. Notons également que l'obtention d'une barrière de bonne qualité est de plus en plus difficile à mesure que la teneur en aluminium est augmentée.

L'interaction du désordre d'alliage sera limitée par l'insertion d'un espaceur AlN [21] à l'interface entre l'AlGaN et le GaN, qui réduira fortement la pénétration des électrons dans la barrière et augmentera leur confinement. L'interaction sera minimale pour un super-réseau $n \times (AlN / GaN)$ [22, 23] ou binaire AlN [24-26]. Cette dernière est cependant limitée en épaisseur [27, 28].

Les interactions qui ont lieu au voisinage de l'interface sont décrites avec des rugosités RMS (Root Mean Square, voir **Annexe A13b**) inférieures à 0,3 nm et des longueurs de corrélation (période de la rugosité) typiques de quelques nanomètres [20].

Comme le montre la **Figure II-4**, la réduction de la température ne va pas changer drastiquement l'allure de la dépendance de la mobilité μ avec la densité d'électrons N_s . Le désordre d'alliage et la rugosité d'interface seront les facteurs limitants pour les fortes densités d'électrons, tandis que les interactions avec les dislocations deviendront prépondérantes à mesure que la densité d'électrons

diminuera. Par conséquent, dans le cas d'échantillons de densité d'électrons similaires mais de qualité variable, une diminution de la température va surtout exacerber leurs différences.

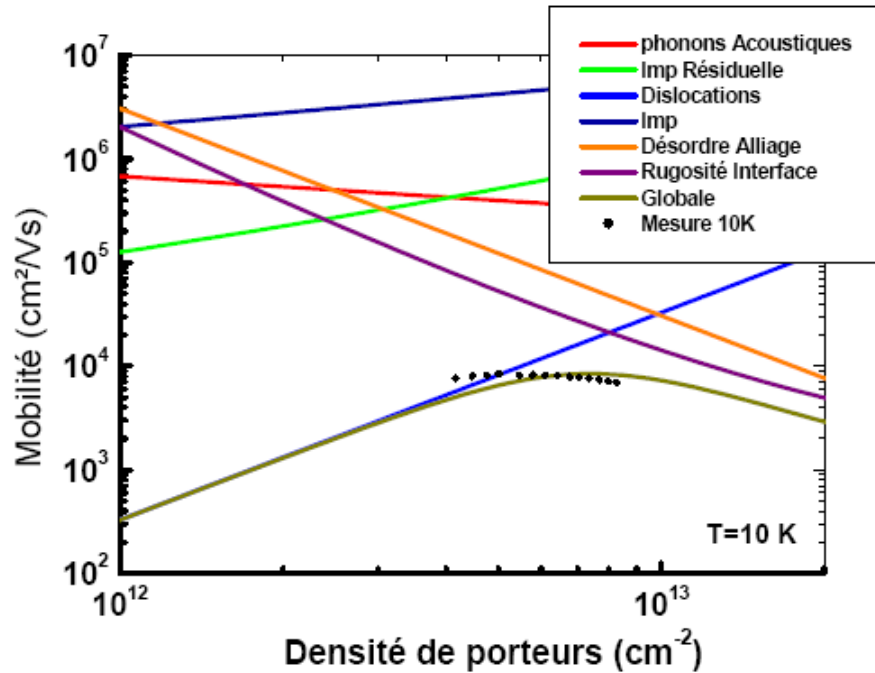


Figure II-4 : évolution expérimentale et simulée de la mobilité μ des électrons à basse température (10K) en fonction de la densité d'électrons N_s modulée par une grille pour une hétérostructure de type HEMT (Al,Ga)N/GaN réalisée sur substrat Silicium(111) (échantillon A392, HDR Philippe Lorenzini [20])

d. L'hétérojonction (Al,In)N/GaN

L'alliage (Al,In)N présente un intérêt pour les hétérostructures HEMTs. InN présente une polarisation spontanée de $-0,032 \text{ C/m}^2$ ($-0,029 \text{ C/m}^2$ pour le GaN et $-0,081 \text{ C/m}^2$ pour l'AlN) et un paramètre de maille de $3,548 \text{ \AA}$. Il est possible de réaliser des hétérostructures $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ dont la barrière est en accord de maille avec GaN pour des taux d'indium de 17-18 % [29]. Ces hétérostructures permettent de produire des densités de charges de l'ordre de $2,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ avec de bonnes mobilités électroniques ($\mu > 1000 \text{ cm}^2/\text{V.s}$) et des faibles résistances de couche ($R_{sh} \sim 300 \text{ \Omega.sqr}$). L'(Al,In)N présente cependant deux défauts majeurs : des fortes modulations de composition d'alliage (énergies de liaison AlN et InN très différentes) et une plus forte polarisation spontanée de InN par rapport au GaN. Ceux-ci expliquent les plus grandes inhomogénéités des interactions avec le 2DEG. Les premières réalisations ont montré à nouveau la nécessité de recourir à un espaceur AlN, comme mentionné plus haut, pour réduire l'impact du désordre d'alliage sur la mobilité des électrons et obtenir ainsi des mobilités correctes ($1170 \text{ cm}^2/\text{V.s}$ avec des densités de charges $2,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ [30]). Ces LMHEMTs $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ (LMHEMT pour Lattice Match High Electron Mobility Transistor) présentent de très bonnes performances puissance/fréquence [31, 32], et des densités de courants

supérieures à 2A/mm ont pu être obtenues avec des barrière (Al,In)N relativement fines (13 nm) [33], ce qui est intéressant pour atteindre des fréquences de travail élevées comme nous le verrons plus loin. Des études ont également montré la grande stabilité thermique de l'alliage (Al,In)N [34]. Cette stabilité a été confirmée par des fonctionnements à haute température de structures LMHEMTs $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ [32, 35], ce qui est un atout majeur pour le développement d'une filière de composants de puissance, mais aussi de capteurs dans des environnements particulièrement agressifs. Enfin, un canal $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ avec un taux d'indium de 10% mènerait à des densités de charges pouvant dépasser $4 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ [36].

II22. Le transistor HEMT (Al,Ga)N/GaN

Un transistor de type HEMT est un transistor à effet de champ à hétérojonction. Son principe de fonctionnement est identique à celui d'un transistor à effet de champ de type MESFET. Il est basé sur la modulation de la conductance entre deux contacts ohmiques appelés « source » et « drain », par l'action électrostatique d'une électrode de commande métallique dénommée « grille » (**Figure II-5**).

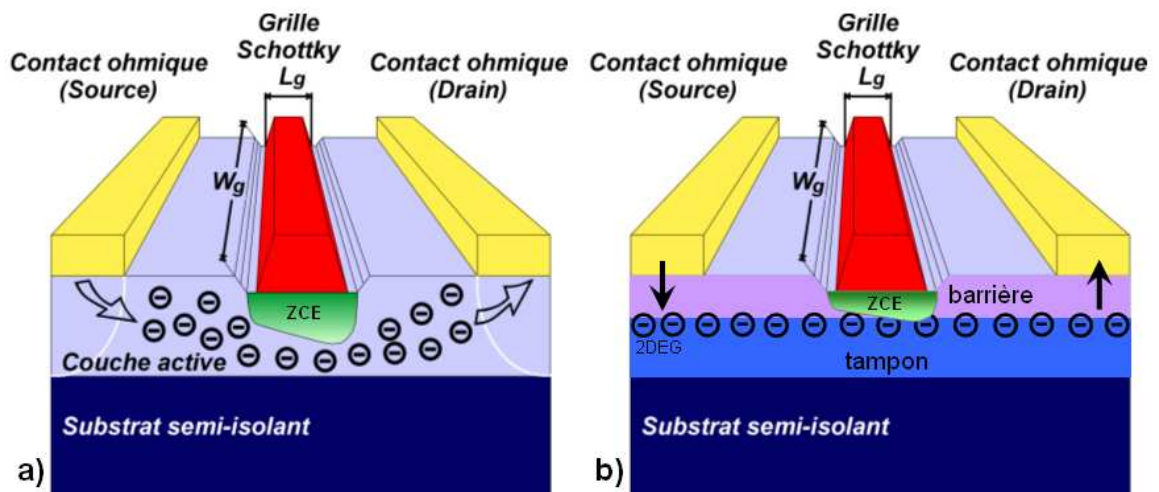


Figure II-5 : schéma d'un dispositif de type a) MESFET et b) HEMT

Sous l'effet d'un champ électrique généré par l'application d'une tension V_{ds} entre la source et le drain, les électrons formant le gaz bidimensionnel se déplacent entre la source et le drain constituant ainsi le courant de drain I_{ds} . La modulation de ce courant de drain I_{ds} est obtenue par l'action d'une tension négative V_{gs} sur le contact Schottky. L'augmentation en négatif de cette tension de commande appliquée sur la grille a pour effet d'augmenter le volume de la zone de charge d'espace (ZCE) qui viendra obstruer le canal pour une tension dite « de pincement » V_p .

Le HEMT à base de nitrides d'éléments III ne diffère apparemment pas des HEMTs réalisés dans d'autres filières comme GaAs ou InP. Seule l'origine de ses électrons et la manière dont ils sont confinés constituent une originalité. La densité N_s du 2DEG va conditionner le courant dans le canal et

donc la puissance de sortie, tandis que la mobilité μ des électrons va conditionner le fonctionnement en fréquence du transistor. Maximiser les performances puissance/fréquence revient donc à maximiser le produit $Ns\cdot\mu$.

a. Contact métal-semiconducteur

Lorsqu'un métal et un semiconducteur sont en contact, il apparaît à l'interface une barrière de potentiel suite à l'alignement des niveaux de Fermi (voir **Figure II-6**) :

$$E_b = e\phi_m - e\chi \quad \text{Equation II-10}$$

avec $e\phi_m$ (vide- E_F) le travail de sortie du métal et $e\chi$ (vide- E_c) l'affinité électronique du semiconducteur (4,1 eV pour GaN).

La structure de bande au voisinage de l'interface métal/semiconducteur est conditionnée par la différence éventuelle des travaux de sortie du métal ($e\phi_m$) et du semiconducteur ($e\phi_{sc}$) :

- $\phi_m = \phi_{sc} \rightarrow$ régime de bandes plates.
- $\phi_m > \phi_{sc} \rightarrow$ contact Schottky, dans le cas d'un semiconducteur de type n (**Figure II-6**)
- Si $\phi_m < \phi_{sc} \rightarrow$ contact ohmique, dans le cas d'un semiconducteur de type n

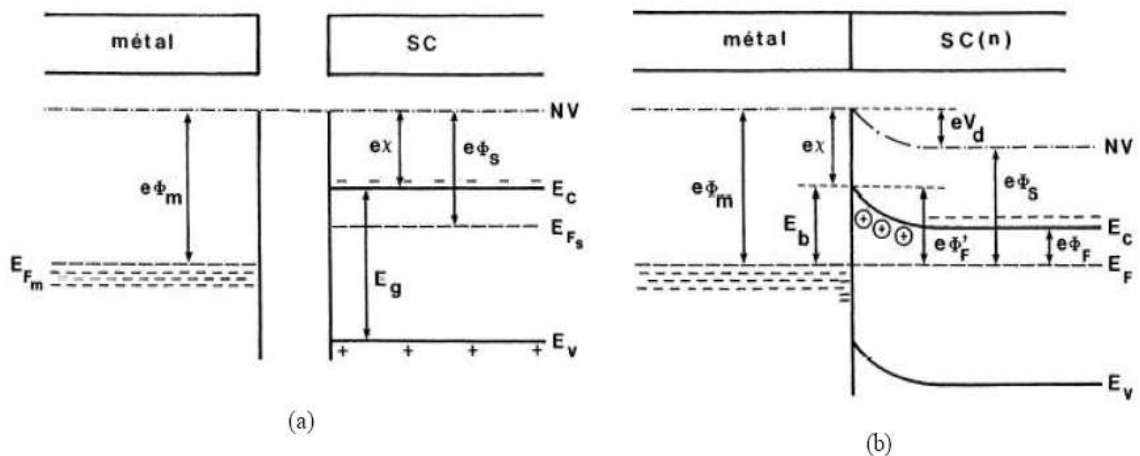


Figure II-6 : contact métal-semiconducteur de type n avec $\phi_m > \phi_{sc}$ (diode Schottky) a) avant jonction b) à l'équilibre thermodynamique

La caractérisation des contacts ohmique et Schottky permettant de juger de leur qualité est détaillée respectivement en **Annexe A34 et A35**.

b. Caractéristiques statiques du transistor

Le fonctionnement du transistor en régime statique (DC) permet d'obtenir de nombreuses informations sur la structure HEMT et de juger notamment du potentiel des performances en puissance et en fréquence. Le CRHEA et PICOGIGA ne disposent que d'outils permettant une caractérisation en régime statique des transistors (voir **Annexe A35**). La **Figure II-7** schématise un réseau de caractéristiques courant-tension $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$ habituellement observé. Il traduit le comportement du composant sous l'effet d'une polarisation drain-source et grille-source.

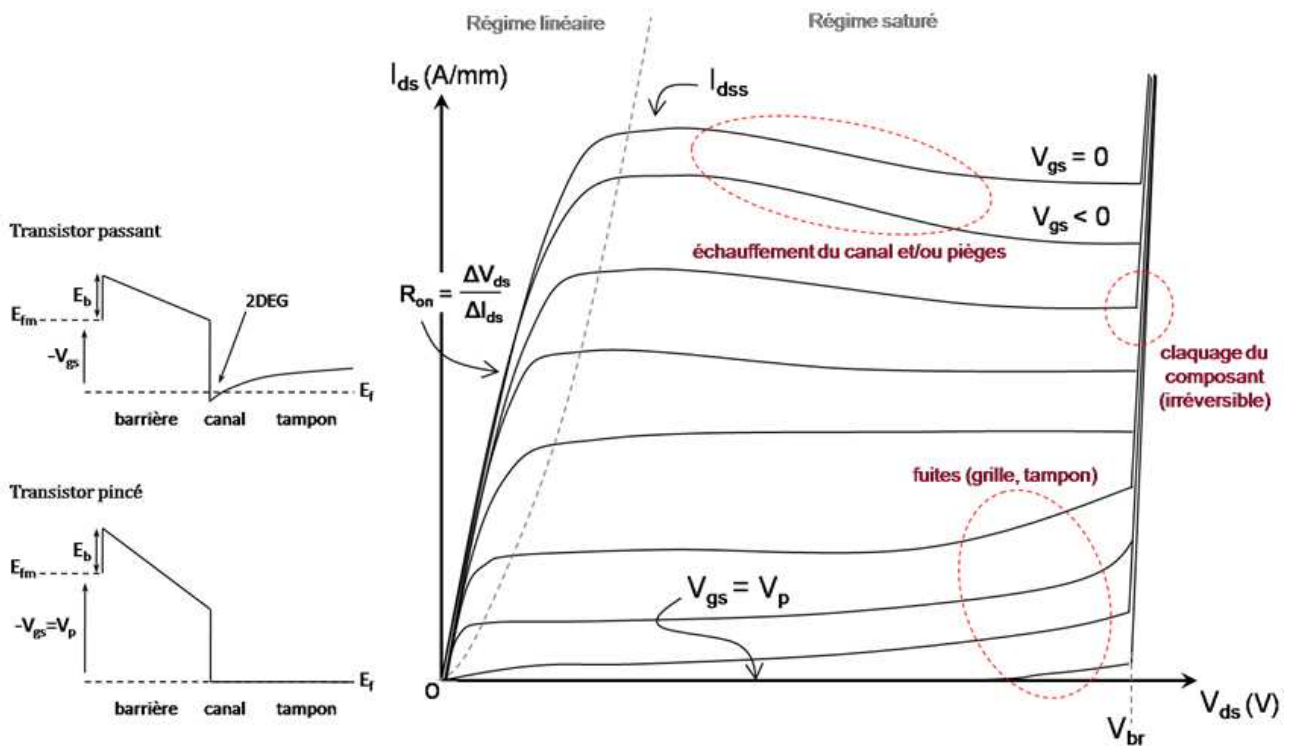


Figure II-7 : réseau de caractéristiques $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$. Sur la gauche est schématisé le diagramme de bande de conduction d'une hétérostructure (Al,Ga)N/GaN pour $V_{gs} \neq V_p$ et $V_{gs} = V_p$.

Ce schéma met en évidence la présence de deux régimes distincts : un régime dit « linéaire » ou ohmique, dans lequel le courant de drain I_{ds} croît avec la tension appliquée V_{ds} , et un régime dit « saturé » où le courant de drain I_{ds} est sensiblement constant et indépendant de la tension V_{ds} appliquée. Les mécanismes susceptibles de provoquer cette saturation sont le pincement du canal en sortie de grille et/ou la saturation de la vitesse des électrons. Nous pouvons également observer trois comportements du courant de drain qui traduisent les défaillances majeures du transistor :

- la diminution du courant de saturation I_{dss} , due généralement aux effets d'échauffement de la structure (mauvaise dissipation thermique). Cette diminution peut également provenir de la présence de pièges qui capturent des électrons chauds.

- l'augmentation du courant de saturation I_{dss} pour les tensions de grille V_{gs} les plus négatives, due aux fuites de grille (par effet tunnel et par la surface entre la grille et le drain).
- Une tension source-drain limite V_{br} , dite « tension de claquage », pour laquelle le courant de drain I_{ds} augmente violemment et le dispositif se détériore de façon irréversible. C'est généralement la grille qui « claque » à cause d'un champ électrique devenu trop important en sortie de grille côté drain.

Le **Tableau II-3** résume les paramètres importants issus du réseau de caractéristiques $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$ du transistor.

I_{dss}	Courant drain-source de saturation maximum	lié à la densité de charges N_s du 2DEG, à la résistance d'accès R_s et à la longueur de grille L_g
V_p	Tension de pincement	tension de grille pour laquelle $I_{ds} = 0$ V
g_m	Transconductance $g_m = \left. \frac{\partial I_{ds}}{\partial V_{gs}} \right _{V_{ds}}$	traduit le contrôle de charge dans le canal par la tension de grille
V_{br}	Tension de claquage	généralement c'est la diode Schottky qui se détériore de façon irréversible
R_{on} ou R_{ds}	Résistance du transistor	regroupe les résistances d'accès R_s et R_d et celle du 2DEG (R_i)
g_d	Conductance de sortie $g_d = \left. \frac{\partial I_{ds}}{\partial V_{ds}} \right _{V_{gs}} = \frac{1}{R_{ds}}$	traduit la conduction drain-source parasite dans le composant

Tableau II-3 : paramètres importants du fonctionnement du transistor en statique

c. Caractéristiques dynamiques du transistor

Il est important de comprendre le comportement des dispositifs hautes fréquences dans les applications *petit signal* (faible excursion courant-tension devant la plage $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$ utilisable) et *grand signal*, ceci afin de prévoir les améliorations matériaux et technologiques susceptibles d'améliorer les caractéristiques de sortie des transistors.

La **Figure II-8** présente le schéma équivalent *petit signal* d'un HEMT et les origines physique correspondant à chaque élément du circuit. Ces éléments prédisent le comportement du HEMT en fonctionnement dynamique (RF) [37-39]. Plusieurs figures de mérite sont utilisées pour caractériser les performances des transistors.

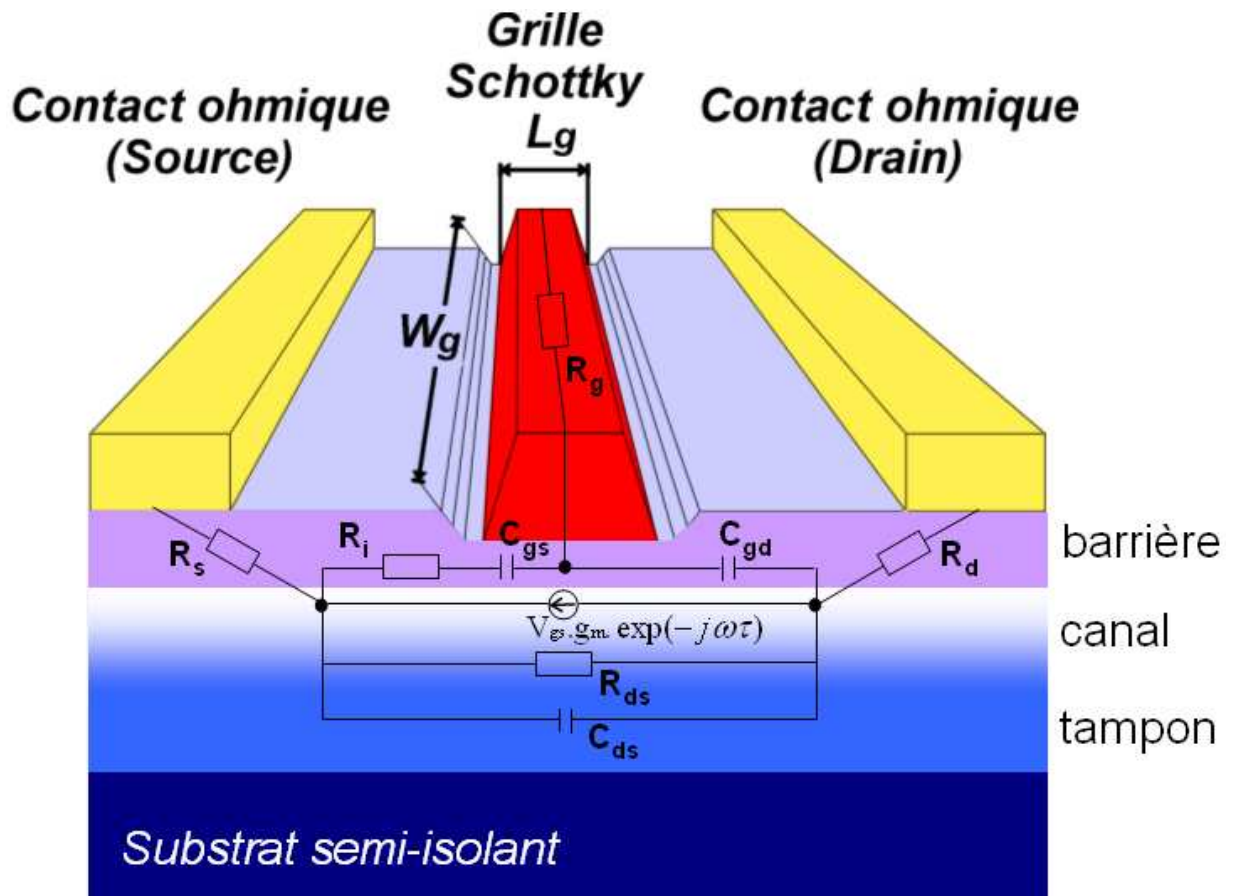


Figure II-8 : schéma équivalent *petit-signal* d'un HEMT (Al,Ga)N/GaN

Performances fréquentielles

Deux fréquences caractéristiques sont généralement utilisées pour décrire une technologie donnée : la fréquence de coupure f_c et la fréquence maximale d'oscillation f_{max} .

La fréquence de coupure f_c (ou f_T , T pour *transition*) est définie comme la fréquence à laquelle le gain en courant du transistor ($|H_{21}|^2$), lorsque la sortie de ce dernier est court-circuitée, vaut 1. Elle est limitée par le temps de transit des électrons sous la grille, et donc par la vitesse moyenne $\langle v \rangle$ des électrons dans le canal et la longueur de grille L_g (**Equation II-11**).

La fréquence d'oscillation maximale f_{max} est définie comme la fréquence à laquelle le gain en puissance du transistor (gain de Mason ou unilatéral U), adapté en puissance à l'entrée et à la sortie, est égal à 1 (**Equation II-12**).

A partir du schéma équivalent *petit-signal* (**Figure II-8**), les fréquences caractéristiques f_c et f_{max} s'expriment comme suit :

$$f_c = \frac{g_m}{2\pi C_g} = \frac{1}{2\pi\tau} = \frac{\langle v \rangle}{2\pi L_g} \quad \text{Equation II-11}$$

$$f_{max} = \frac{f_c}{\sqrt{4(R_i + R_s + R_g)g_d + 4\pi \cdot f_c R_g C_{gd}}} \quad \text{Equation II-12}$$

avec :

$$C_g = C_{gs} + C_{gd} = \left| \frac{dQ}{dV_{gs}} \right| \quad \text{la capacité de grille.}$$

Q la charge sous la grille Schottky.

C_{gd} et C_{gs} les capacités respectives grille-drain et grille-source.

$$g_m = \left. \frac{\partial I_{ds}}{\partial V_{gs}} \right|_{V_{ds}} \quad \text{la transconductance à } V_{ds} \text{ donnée.}$$

$\langle v \rangle$ la vitesse moyenne des électrons dans le canal.

L_g la longueur de grille.

τ le temps de transit des électrons dans le canal.

R_s et R_g les résistances d'accès respectives de la source et de la grille.

R_i la résistance du canal (2DEG).

$$g_d = \left. \frac{\partial I_{ds}}{\partial V_{ds}} \right|_{V_{gs}} = \frac{1}{R_{ds}} \quad \text{la conductance de sortie à } V_{gs} \text{ donnée.}$$

Augmenter les performances fréquentielles du transistor HEMT nécessite donc d'utiliser une grille courte avec des courants de fuite faibles, de diminuer les résistances d'accès de la source et du drain, d'augmenter la transconductance et d'améliorer les propriétés de transport du 2DEG.

Performances en puissance

La variation de la conductance g_d entre les deux contacts ohmiques de source et de drain est proportionnelle au nombre de porteurs libres dans le canal, et donc au courant de drain I_{ds} . C'est l'effet d'amplification transistor qui permet de transformer un signal appliqué sur la grille en un signal plus fort récupéré sur le drain.

Le gain en puissance G_p est défini comme le rapport entre la puissance absorbée P_s par la charge présentée en sortie du transistor et la puissance absorbée en entrée P_E par le transistor :

$$G_p = \frac{P_s}{P_E} \quad \text{Equation II-13}$$

Au-delà d'une région linéaire, le gain en puissance G_p diminue avec le niveau du signal d'entrée. La puissance de sortie d'un transistor est généralement donnée pour 1dB⁽¹⁾ de compression, c'est-à-dire que c'est la valeur de la puissance en sortie lorsque le gain a chuté de 1dB par rapport au gain de la zone linéaire.

Le gain en puissance est lié à la capacité de contrôle du 2DEG. Augmenter le gain revient donc en partie à réduire les courants de fuites du contact Schottky.

Il est possible de calculer la densité de puissance attendue pour une géométrie de composant donnée à partir du réseau de caractéristiques statiques $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$ (**Figure II-9**). La puissance de sortie maximale obtenue avec un transistor utilisé comme amplificateur de classe A⁽²⁾, est donnée par :

$$P_{\max} = \frac{1}{8} I_{ds \max} (V_{ds \max} - V_{ds \min}) \quad \text{Equation II-14}$$

avec $I_{ds \max}$ le courant drain maximal, $V_{ds \max}$ la tension maximale à laquelle on peut polariser le composant pour une tension de grille V_{gs} voisine de la tension de pincement (cette tension peut être assimilée à la tension de claquage V_{br}), et $V_{ds \min}$ la tension de coude des caractéristiques $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$,

⁽¹⁾ Le décibel (dB) est une unité logarithmique de mesure du rapport entre deux puissances. Si on appelle X le rapport de deux puissance P_1 et P_0 , la valeur de X en décibel s'écrit : $X_{dB} = 10 \log_{10} (P_1 / P_0)$.

⁽²⁾ Pour les amplificateurs linéaires, chaque classe définit la proportion du signal d'entrée qui est utilisée par chaque composant actif pour arriver au signal amplifié. Un amplificateur est dit de *classe A* lorsque la totalité du signal d'entrée est utilisée. Ces amplificateurs amplifient tout le signal d'entrée, limitant ainsi les distorsions sur le signal de sortie, mais n'ont pas un bon rendement (50% maximum).

c'est à dire la tension de déchet qui correspond à la tension nécessaire pour atteindre la saturation de I_{ds} ($g_d = 0$).

Les gains et les puissances sont généralement donnés respectivement en dB et en mW ou dBm (décibel au dessus d'un milliwatt ; la puissance de référence est 1mW).

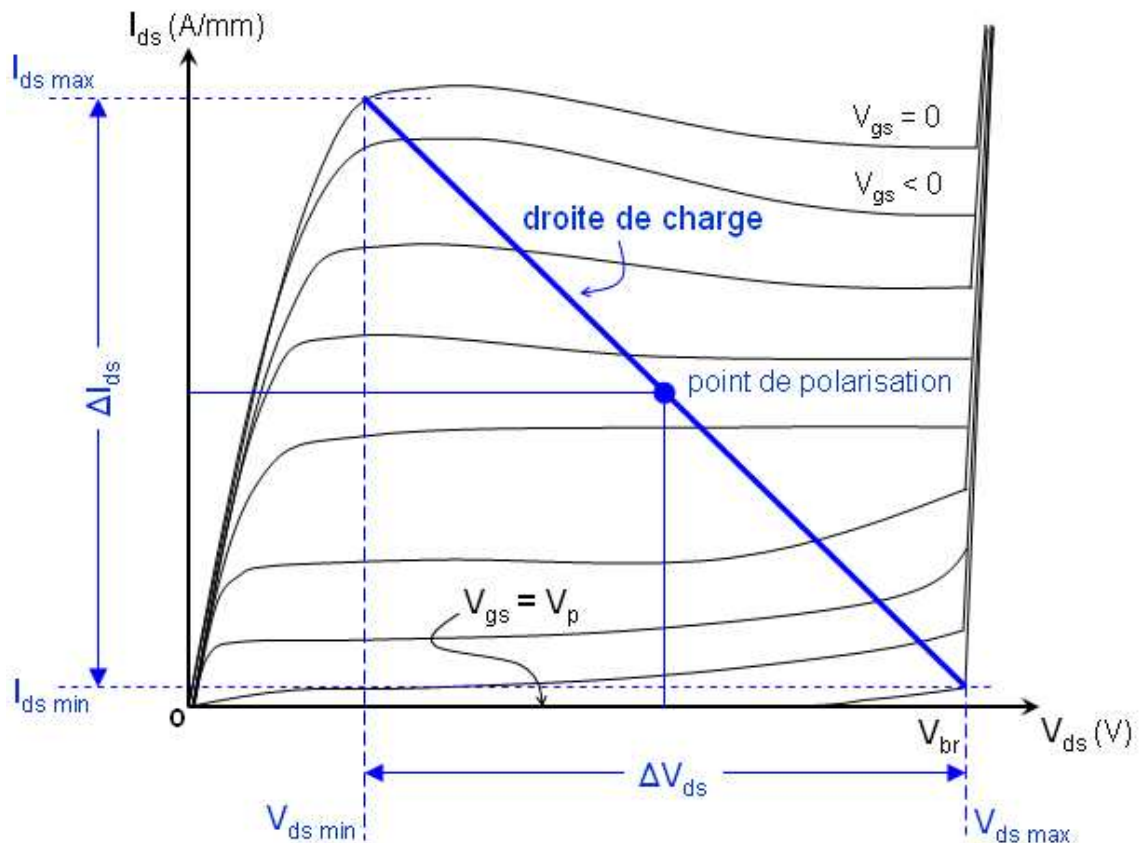


Figure II-9 : exploitation du réseau de caractéristiques $I_{ds}(V_{ds})$ pour calculer la puissance attendue (fonctionnement en classe A)

L'équation donnant la puissance de sortie maximale attendue résume assez bien les exigences des composants de puissance. Augmenter la puissance revient à réduire la résistance drain-source R_{on} , augmenter la tension de claquage V_{br} et augmenter le courant de drain maximal $I_{ds\ max}$.

Rendement de puissance ajoutée

Le rendement de puissance ajoutée (*PAE* pour *Power Added Efficiency*) traduit l'aptitude du transistor à transformer l'énergie de l'alimentation continue en énergie hyperfréquence. Il s'exprime en % et est lié à l'utilisation optimale du réseau de caractéristique $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$, ainsi qu'à la valeur du gain en puissance G_p aux fréquences de mesure. C'est une figure de mérite importante car elle rend compte de la quantité de puissance en entrée requise pour atteindre la puissance de sortie désirée.

$$PAE = \frac{P_s - P_E}{P_{DC}} \quad \text{Equation II-14}$$

avec P_s la puissance absorbée par la charge présentée en sortie du transistor

P_E la puissance absorbée en entrée par le transistor

P_{DC} la puissance fournie par l'alimentation

Pour une géométrie de transistor, un couple de tension (V_{ds}, V_{gs}) et une fréquence de travail f donnés, l'évolution des performances en puissance est généralement présentée comme illustré à la

Figure II-10 :

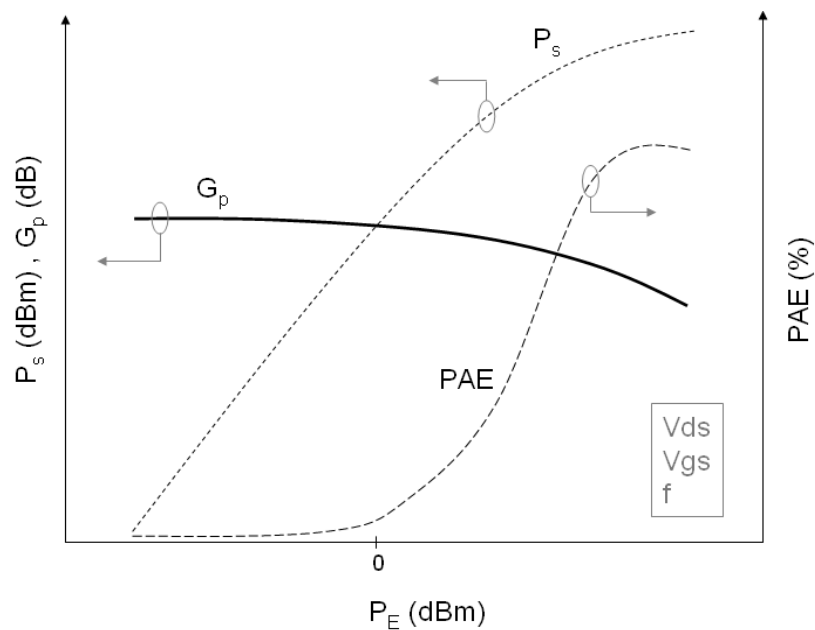


Figure II-10 : évolution de la puissance de sortie P_s , du gain en puissance G_p et du rendement en puissance ajoutée PAE en fonction de la puissance d'entrée P_E

II23. Etat de l'art

Ces dernières années, les performances en fréquence et en puissance des transistors HEMT III-N n'ont cessé de progresser grâce à des améliorations progressives des techniques de croissance, de la qualité des matériaux épitaxiés, des procédés technologiques et des topologies des composants optimisées. Nous dressons ci-dessous une liste non exhaustive de ces améliorations :

Performances fréquentielles

Des améliorations sur le profil de grille, sur la barrière et sur les couches tampons ont permis d'augmenter les performances fréquentielles des transistors HEMT :

Ingénierie de la grille :

Le *recess* de grille, qui consiste à graver une partie de la barrière avant le dépôt métallique, permet une augmentation de la transconductance (amélioration du contrôle du 2DEG) par la réduction de la distance grille-canal, tandis que le profil en T donne l'avantage d'une grille courte (réduction du temps de transit des électrons) tout en gardant une résistance métallique faible. De plus, cette technique autorise l'utilisation d'un cap dopé n (amélioration des contacts ohmiques et réduction des résistances d'accès de source R_s et de drain R_d).

Ingénierie de la couche tampon :

L'utilisation d'une couche tampon (Al,Ga)N (DH-HEMT [40]) ou GaN compensée (Fe [41-43], C [44, 45]), ou encore l'utilisation d'une contre-barrière (In,Ga)N [46, 47], permet un meilleur confinement des électrons dans le canal ainsi qu'une réduction des courants de fuites et des capacités parasites. Cela peut limiter le *gate lag* ou *drain lag* (retard à l'établissement du courant de drain après application d'un court stimulus de la tension V_{ds} , quand il est lié à des pièges dans les couches inférieures).

Ingénierie de la barrière :

L'insertion d'un espaceur AlN [21] à l'interface entre l'(Al,Ga)N et le GaN réduit fortement la pénétration des électrons dans la barrière et permet d'améliorer les propriétés de transport du 2DEG. Certains auteurs ont proposé des hétérostructures HEMTs AlN/GaN [24-26] (barrière AlN limitée en épaisseur [27, 28]) ou AlGaN/GaN/AlN/GaN [48] ou encore de remplacer l'alliage (Al,Ga)N par un super-réseau $n \times (AlN / GaN)$ [22, 23].

L'utilisation d'une barrière (Al,In)N en accord de maille avec le GaN (barrière non contrainte) permet d'atteindre des densités d'électrons plus importantes ($N_s > 2.10^{13} \text{ cm}^{-2}$) en raison des constantes de polarisations de l'InN et de l'AlN supérieures à celle du GaN [31, 33, 49].

Performances en puissance

La gestion du profil du champ électrique côté drain et des phénomènes mettant en jeu la surface ont contribué à l'amélioration des performances en puissance :

Ingénierie du champ électrique :

L'ingénierie du champ électrique entre la grille et le drain permet d'augmenter la tension de claquage des composants en étalant la zone de charge d'espace (ZCE) au-delà de la grille et en réduisant par la même le pic de champ électrique côté drain. Nous pouvons citer le *double recess* de grille et le profil de grille *field plate* (2003) [50, 51]. C'est un avantage pour les applications telles que les commutateurs haute tension et les amplificateurs haute puissance dans lesquels des tensions de

claquage très importantes sont nécessaires. Ce contrôle effectif du canal au-delà de la grille primaire améliore également la linéarité du composant. Cependant, la contrepartie de cette approche est l'augmentation de la capacité grille-drain qui limite les performances fréquentielles.

Ingénierie de la surface :

Les HEMTs (Al,Ga)N/GaN souffrent d'une dispersion DC-RF entre la puissance de sortie prédite en fonctionnement statique (DC) par le réseau de caractéristiques $I_{ds}(V_{ds}, V_{gs})$ et la puissance de sortie réellement mesurée en fonctionnement dynamique (RF). Cet effet appelé *compression* peut trouver son origine dans un retard à l'établissement de la commande de grille (*gate lag*). Cette dispersion DC-RF qui limite les performances en puissance du HEMT est souvent attribuée aux pièges de surface [52]. La mise au point de passivations de la surface avec des diélectriques comme SiN_x [53, 54] ou SiO_2 [55, 56] permet d'y remédier. Cependant, l'efficacité de la passivation dépend fortement du procédé et de la qualité des structures traitées. Une autre solution pour régler le problème de dispersion DC-RF est l'épaississement du cap (Al,Ga)N, avec l'utilisation d'un *recess* de grille profond, pour éloigner le 2DEG des fluctuations du potentiel en surface [57-60].

D'autres innovations

D'autres types de structures III-N ont récemment été proposés :

MISHEMT (ou MOSHEMT)

Ce type de structure permet de combiner les avantages de la structure MOS (Metal Oxide Semiconductor) qui réduit fortement la fuite de grille, et l'hétérojonction (Al,Ga)N/GaN qui offre un produit $Ns\cdot\mu$ important [61].

HEMT à polarité N (ou inversée)

Ce type de structure a la particularité d'avoir le canal GaN en surface, ce qui permet d'avoir des résistances de contacts plus faibles, de réduire les fuites de grille, un meilleur confinement des électrons et une réduction de la dispersion DC-RF [62-65].

Les améliorations successives ont permis d'atteindre aujourd'hui des densités de puissance de sortie de l'ordre de 30-40 W/mm [66, 67] (plus de 10 fois supérieures à celles obtenues par la filière GaAs), et des fréquences de coupure f_c et d'oscillation maximum f_{max} d'environ 200 GHz, étendant ainsi les applications aux ondes millimétriques. Le **Tableau II-4** ci-dessous donne un bref état de l'art des performances des transistors HEMT III-N épitaxiés sur substrat Silicium (Si) et Carbure de Silicium (SiC) :

substrat	année	L_g (nm)	I_{dsmax} (A/mm)	g_m max (mS/mm)	F_c (GHz)	F_{max} (GHz)	P_s W/mm	G_p (dB)	PAE (%)	F (GHz)	Ref
Si(111)	2003	250	1,1	240	27	81	6,6	18	49	2	[68]
	2004	700	1	200	18	31	12	15,3	52,7	2,14	[69]
	2004	170	0,55	215	46	92					[70]
	2004	300	0,85	220	24	47	7	9,1	38	10	[71]
	2006	250	1	250	50	100	5,1	9,1	20	18	[72]
SiC	2004	700	1,2	200			12	7	40,5	10	[46]
	2005	250	1,4	437	41	63	9,1	5,8	23,7	18	[74]
	2006	100			153	230					[59]
	2007	150	1,3	490	92	148	4,1	16	70,7	10	[73]

Tableau II-4 : état de l'art des performances de transistors HEMT AlGaIn/GaN réalisés sur substrat Si(111) et SiC. Références : Daimler/Ulm(CRHEA) [68], Nitronex/Raleigh [69], CRHEA/Tiger [70], Picogiga/Triquant/Tiger [71, 72], Santa Barbara [46, 59, 73], Urbana Champaign [74]

Fiabilité

De nombreux mécanismes de défaillance peuvent être à l'origine de dégradations des performances du transistor HEMT. Différents tests de stockage thermique, de contraintes électriques ou d'agressions électrostatiques permettent de mesurer, de quantifier et de mettre en défaut la robustesse du composant. Les défaillances communément observées ne sont pas seulement liées à la qualité intrinsèque du matériau épitaxié et à sa dégradation éventuelle, mais résultent également du traitement technologique lui-même via la dégradation des contacts ohmique et Schottky, ou encore la fragilisation du matériau au cours des étapes technologiques (recuits, gravure, métallisation, passivation, etc).

Malgré les performances supérieures démontrées par les composants III-N comparées à celles des filières conventionnelles Si et GaAs, la commercialisation des dispositifs HEMTs III-N est encore limitée par la dispersion, les effets d'échauffement, les contraintes dans les hétérostructures, les défauts et les pièges profonds, ainsi que les états de surface. Autant d'obstacles à la commercialisation de composants à base de nitrures d'éléments III avec une fiabilité conforme aux conditions des secteurs d'applications visés. Le traitement technologique a pris une place prépondérante aujourd'hui, et la question qui se pose à présent est de savoir dans quelle mesure la qualité des couches épitaxiées a un impact sur la fiabilité du composant.

II3. Croissance III-N sur Si(111)

II31. Le choix du substrat silicium orienté (111)

La croissance de GaN sur substrat silicium a commencé au début des années 1990, tandis que des structures de bonne qualité sur substrat saphir permettaient la réalisation de dispositifs à diodes électroluminescentes et à transistors de type HEMT (1993) [2, 75]. Comme nous l'avons vu au **Chapitre I paragraphe I21**, le silicium présente un certain nombre d'avantages déterminants pour la production de masse de dispositifs à base de nitrures d'éléments III (diodes électroluminescentes et dispositifs de puissance). L'engouement pour l'orientation (111), de symétrie de surface hexagonale, ne se fait vraiment sentir qu'à la fin des années 1990. L'orientation (001) de symétrie de surface carrée demeure quant à elle le standard de la microélectronique.

Cependant les désaccords paramétrique et thermique entre les composés nitrures et le silicium génèrent une contrainte extensive au cours du refroidissement, ainsi que de nombreux défauts (dislocations traversantes, fissures). Par conséquent, l'obtention de couches épaisses de composés III-N de bonne qualité et non fissurées nécessite une ingénierie particulière des couches tampons comme nous le verrons au **paragraphe II32** ainsi que tout au long de ce manuscrit.

Dans le cadre de la thèse, c'est en raison des coûts et du savoir faire en épitaxie du CRHEA et de PICOGIGA que les structures HEMTs ont principalement été développées par Epitaxie par Jets Moléculaires (EJM) sur substrat Silicium orienté selon la face (111), face qui présente une symétrie hexagonale comme la base de la maille wurtzite de (Al,Ga)N (**Figure II-11**). Dans ce manuscrit de thèse, nous serons cependant amenés à évoquer des structures également réalisées sur tremplins GaN et AlN sur saphir(0001).

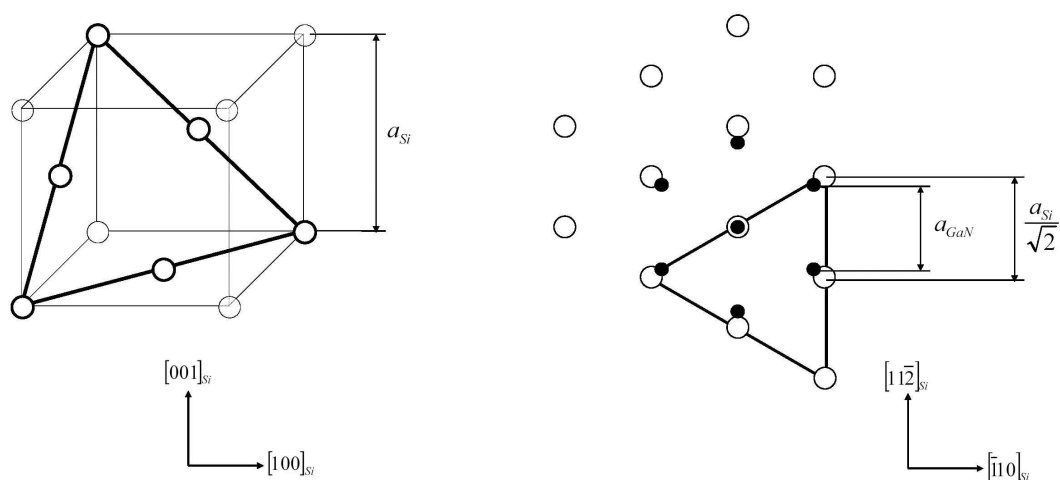


Figure II-11 : superposition (droite) de la maille de GaN par rapport à la maille du substrat Silicium orienté selon la face (111) (gauche)

	GaN	AlN	Si(111)
a (300K) (Å)	a = 3,1878	a = 3,112	a = 3,84
Désaccord paramétrique du GaN (%) et contrainte à la croissance	0	2,4 compression	-17 tension
Coefficient d'expansion thermique ($\times 10^{-6} /K$)	5,59	4,2	2,59
Désaccord thermique du GaN (%) et contrainte au refroidissement	0	33	116 tension
Conductivité thermique ($W.K^{-1}.cm^{-1}$)	1,5	2	1,5

Tableau II-5 : propriétés du GaN, de l'AlN et du substrat silicium orienté selon la face (111)

II32. HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111)

a. croissance de GaN sur substrat Si(111)

Depuis les premières croissances réalisées par Takeuchi et al en 1991 [76], la qualité du GaN épitaxié sur Si(111) n'a cessé de s'améliorer. A la fin des années 1990, des couches de GaN non fissurées de 1-2 μm d'épaisseur et de bonne qualité (densité de dislocations de l'ordre de $2-5 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$), étaient obtenues par EJM ammoniac sur Si(111). Il s'en est rapidement suivi la réalisation des premières structures LED [77, 78] et HEMT [79, 80]. De nombreuses techniques ont été mises au point pour réduire la densité de défauts, épaissir la couche tampon de GaN et éviter la génération de fissures au refroidissement. Nous pouvons citer les couches intercalaires d'AlN basse température [81, 82], les super-réseaux [83, 84], les alternances AlN/GaN [80], ou encore le tampon (Al,Ga)N à gradient de composition [85].

La **Figure II-12** montre l'empilement « standard » utilisée dans cette étude pour la réalisation des structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN sur substrat Si(111) :



Figure II-12 : schéma d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN « standard » épitaxiée sur substrat Si(111)

b. Description de la structure HEMT de référence et des étapes clés

Préparation du substrat silicium

Cette première étape consiste à enlever la couche d'oxyde natif SiO_2 présente à la surface du substrat Si(111). Deux types de désoxydation sont possibles : la *désoxydation thermique* et la *désoxydation chimique*. Une procédure de désoxydation thermique dans un bâti de croissance EJM nécessite des précautions afin d'éviter la nitruration du substrat à haute température. En effet, il a été observé que la présence d'espèces réactives azotées provenant du craquage de l'ammoniac (NH_3) à la surface du substrat peut entraîner la formation d'une couche amorphe continue ou non de SiN_x très dommageable quant à l'établissement d'une relation épitaxiale (Al,Ga)N/Si(111). Cette nitruration haute température du substrat peut être évitée par une désoxydation *ex situ*, hors du bâti d'épitaxie, soit par désoxydation thermique sous flux d'hydrogène (H_2), soit par attaque chimique (voir **Annexe C**). Dans ces deux cas la surface désoxydée du silicium est parfaitement passivée hydrogène. Les atomes d'hydrogène sont venus réagir avec les liaisons pendantes du silicium prévenant ainsi toute oxydation de la surface lors de la remise à l'air et du transfert dans le bâti EJM. Cette passivation hydrogène est très stable et permet une mise à l'air de plus d'une demi-heure sans modification de la surface de silicium.

Couche de Nucléation AlN

L'utilisation d'une couche tampon AlN pour la croissance épitaxiale de GaN sur substrat silicium(111) a été démontrée pour la première fois par Watanabe et al en 1993 [86]. L'énergie nécessaire à la formation d'une interface GaN/Si(111) est importante et empêche toute croissance bidimensionnelle de GaN sur la surface brute du silicium à des températures suffisantes pour garantir une bonne qualité cristalline. De plus, lorsque le gallium est mis en contact avec le silicium, il se produit une gravure chimique de la surface du substrat. L'emploi d'une couche de nucléation d'AlN permet donc d'éviter la formation de couches GaN amorphes, et le mode de croissance du GaN sur cette première couche d'AlN est tout de suite bidimensionnel.

La nucléation de l'AlN sur substrat Si(111) par EJM avec l'ammoniac (NH_3) comme précurseur d'azote a fait l'objet de plusieurs études au laboratoire [80, 87, 88]. Ces études montrent l'importance de l'étape d'exposition de la surface de silicium aux précurseurs NH_3 et Al qui, lorsqu'elle est optimisée, permet l'obtention d'un film AlN continu avec une interface abrupte avec le substrat et une relaxation immédiate de la majorité de l'écart de paramètre de maille dès la première monocouche déposée. Cependant cette couche n'en est pas moins de très mauvaise qualité structurale ($\sim 10^{11}$ dislocations traversantes par cm^2).

Empilement AlN/GaN

Cette succession de couches est destinée à compenser les contraintes induites par le désaccord paramétrique et la différence de coefficient d'expansion thermique entre le GaN et le Silicium. L'empilement AlN/GaN, optimisé depuis 1999 au CRHEA puis breveté [89], permet à la couche finale de GaN d'être déposée sur une couche d'AlN relaxée, possédant un paramètre de maille a_{AlN} d'environ 3,112 Å, inférieur de 2,4% au paramètre de maille du GaN ($a_{\text{GaN}} = 3,1878$ Å). Il en résulte une mise en compression de la couche épaisse de GaN à température de croissance. Cet empilement AlN/GaN permet de compenser la contrainte extensive naissant dans le GaN épais au moment du refroidissement de l'échantillon (déformation biaxiale de l'ordre de 0,23%). L'épitaxie d'une simple couche épaisse de GaN ($>1\mu\text{m}$) directement sur la couche de nucléation AlN provoquerait l'apparition de fissures au moment du refroidissement de l'échantillon.

Des études SIMS ont montré l'intérêt d'une couche épaisse d'AlN intercalaire quand à la réduction de l'incorporation des impuretés. Comme le montre l'analyse SIMS réalisée sur une structure HEMT « standard » (**Figure II-13**), les dislocations semblent permettre une diffusion du silicium dans les premières dizaines de nanomètres de la structure. Aussi, bien que diminuant rapidement dans la couche de nucléation d'AlN, on peut voir que ce n'est qu'après la couche d'AlN intercalaire que la contamination oxygène et carbone chute à des valeurs constantes. Ces impuretés silicium ($<5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$) et oxygène ($0,8-4 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$) de type donneur dans GaN, et majoritaires par

rapport au carbone ($0,3-1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$), expliquent le dopage résiduel de type *n* habituellement observé pour la couche tampon GaN.

L'inconvénient majeur de cette étape vient de la croissance d'AlN qui est opérée à très faible vitesse et mobilise ainsi 2h à 2h30 sur la totalité du procédé de croissance d'une structure HEMT. Enfin, une conséquence de l'emploi de cet empilement AlN/GaN pour l'ingénierie des contraintes est que des fissures enterrées sont générées dans la couche GaN intercalaire.

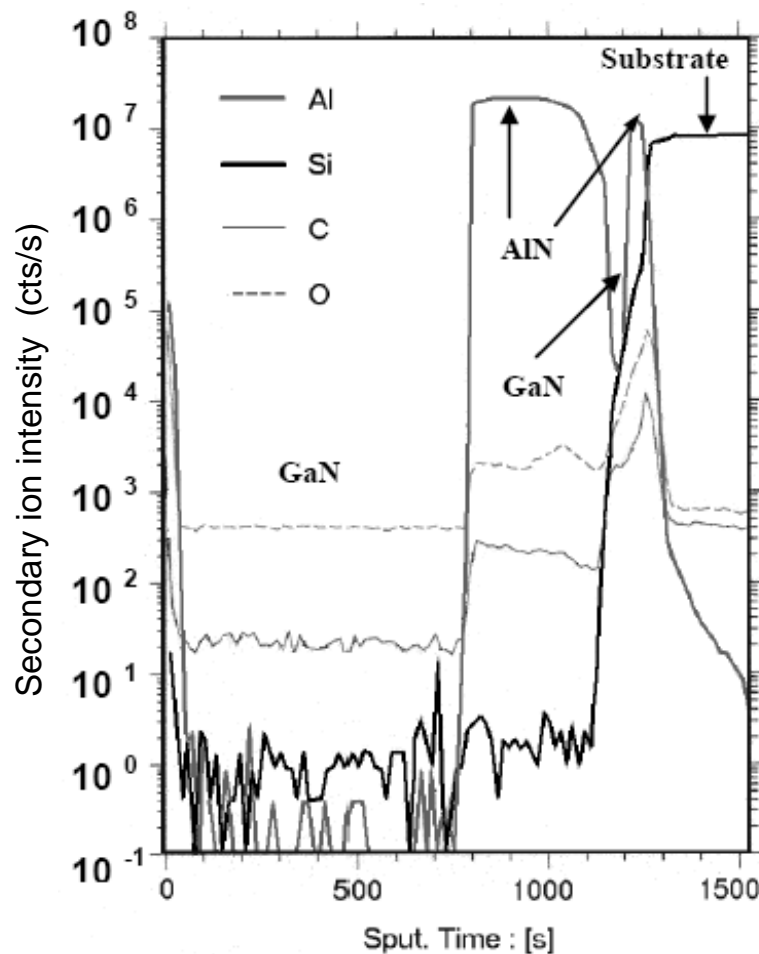


Figure II-13 : profil SIMS d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN « standard » épitaxiée sur substrat Si(111)

Couche tampon

Une fois les problèmes d'interface AlN/Si résolus, l'empilement AlN/GaN permet donc de faire croître une couche de GaN non fissurée ($< 3 \mu\text{m}$), en utilisant la différence des paramètres de maille entre l'AlN et le GaN ($a_{\text{GaN}} > a_{\text{AlN}}$) pour mettre en compression le GaN et ainsi compenser la contrainte extensive subie par la couche au cours du refroidissement.

L'épaississement de la couche tampon permet la diminution de la densité de dislocations traversantes, premier facteur limitant la mobilité des électrons dans le canal. De plus, La qualité électrique de la couche tampon GaN est fonction de la densité d'impuretés incorporées, issues de la contamination de la surface du substrat et des précurseurs de la croissance, mais également de la densité de défauts tels que les dislocations qui pour certaines peuvent piéger les charges. En effet, des mesures capacitives $C(V)$ montrent des densités de porteurs résiduelles inférieures à $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ dans les couches (Al,Ga)N épitaxiées sur Silicium. Cependant, les teneurs en impuretés (**Figure II-13**) ne peuvent rendre compte de ces faibles valeurs, et il est clair que les dislocations qui piègent les quelques 10^{16} à 10^{17} cm^{-3} électrons donnés par les impuretés sont responsables de ce faible dopage résiduel, et par la même du caractère isolant des couches tampons épitaxiées sur Silicium (résistance de feuille R_{sh} de l'ordre de quelques $M\Omega.sqr$). Néanmoins, ce caractère isolant s'avère tout à fait relatif à mesure que la température augmente [90]. Au-delà d'une certaine température (typiquement 400-500 K), lorsque l'énergie thermique est suffisante, il est apparu clairement que les électrons initialement piégés pouvaient être libérés (énergie d'activation de l'ordre de 450 à 650 meV) et quitter ainsi les niveaux profonds introduits par les dislocations (estimé entre 0,5 et 1 eV sous la bande de conduction du GaN) ou par les lacunes d'azote (estimé à 250 meV sous la bande de conduction du GaN). L'augmentation significative de la densité de charges constitue alors une première limite pour le fonctionnement du transistor. Une autre limitation est que les dislocations introduisent des pièges électriques dans une gamme d'énergie assez étendue [91]. L'existence de phénomènes de décoration des dislocations par les impuretés est reporté dans la littérature [92] et a été mis en relation avec les tensions de claquage de diodes Schottky GaN [93]. L'augmentation de la stabilité thermique passe donc par la réduction du nombre de dislocations et/ou la compensation du dopage n par des accepteurs profonds. Parmi eux, l'un des plus prometteurs est le Fer qui avec une énergie d'activation résultante de plus de 1eV permet de maintenir le caractère isolant du GaN jusqu'à plus de 600K comme nous avons pu le vérifier expérimentalement [94].

L'intérêt d'une couche épaisse de GaN réside donc dans l'obtention d'une couche de bonne qualité cristalline (faible mosaïcité et densité de dislocations $< 8.10^9 \text{ cm}^{-2}$) permettant d'améliorer les propriétés de transport du 2DEG, d'augmenter la stabilité thermique, de réduire les courants parasites et les effets capacitifs néfastes au bon fonctionnement du transistor. Cette couche tampon GaN est cependant limité en épaisseur ($< 3\mu\text{m}$) pour l'empilement AlN/GaN standard (**Figure II-12**).

Barrière

Ternaire $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

L'obtention de barrières (Al,Ga)N nécessite bien évidemment une bonne maîtrise de la croissance du GaN. L'incorporation de l'aluminium dans le GaN ne pose pas de problèmes particuliers (comme c'est le cas avec l'Indium). Cependant, même dans les conditions optimales de croissance du GaN, la qualité des alliages (Al,Ga)N a tendance à se dégrader lorsque la composition en Al augmente (désordre d'alliage maximal pour un taux d'aluminium de 70% [95]). Il a été observé une forte dégradation de la qualité cristalline des alliages (Al,Ga)N pour des concentrations en aluminium supérieures à 37%. Ceci s'explique par la forte énergie de la liaison Al-N et donc par une faible longueur de diffusion de l'aluminium en surface. Le fait d'augmenter la température de croissance favorise la diffusion de l'aluminium. Ainsi, plus la composition en aluminium de l'(Al,Ga)N augmente et plus il faut compenser cette faible diffusion par une température de croissance élevée. En théorie, la température de croissance optimale des alliages (Al,Ga)N se situe 300°C au dessus de celle du GaN. Néanmoins, le procédé EJM ne permet pas l'obtention de telles températures de substrat et la longueur de diffusion de l'aluminium est augmentée par accroissement du temps de résidence de l'élément III à la surface avant incorporation, soit en diminuant la vitesse de croissance, soit en augmentant le rapport III/V.

Un autre point limitant est l'épaisseur de cette barrière (Al,Ga)N. Peu d'études ont été réalisées au CRHEA et à Picogiga sur cet aspect de la croissance, mais certaines épaisseurs critiques ont pu être déterminées : 35 nm pour un (Al,Ga)N avec 25% d'Al, 30nm pour 30% d'Al et 20nm au delà de 35% d'Al.

Espaceur AlN

Comme nous l'avons vu au **paragraphe II21c**, les fluctuations de potentiel dans la barrière (Al,Ga)N conditionnent la mobilité dans le 2DEG. En effet, les fluctuations liées au désordre d'alliage et celles de la contrainte qui l'accompagne se traduisent en autres par des fluctuations de polarisation agissant comme des centres diffuseurs pour les charges. L'emploi d'un espaceur AlN [21] permet d'améliorer les propriétés de transport du 2DEG en réduisant fortement la pénétration des électrons dans la barrière (Al,Ga)N.

Cap GaN

L'ajout d'une couche supérieure de GaN peut servir de protection lors des étapes technologiques, la surface subissant des dépôts de résines, l'utilisation de révélateurs chimiques, ainsi que le recuit de contact ohmique. Aussi, la présence de GaN à la place de l'(Al,Ga)N peut limiter l'oxydation en surface et limiter les problèmes d'inhomogénéité de la surface responsable d'une diminution de la

hauteur moyenne de la barrière de potentiel des contacts Schottky des grilles [96]. De plus, grâce aux champs de polarisation présents à l'interface supérieure GaN/AlGaN, la hauteur effective de la barrière se trouve augmentée par rapport à celle de référence (**Equation II-6**) et résulte dans une diminution des courants de fuites de grille par effet tunnel.

II4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons vu que les caractéristiques de sortie du transistor (puissance, fréquence) dépendent des propriétés de transport du 2DEG (produit $Ns\mu$), du contrôle de la modulation de charges dans le canal par la tension de grille (transconductance g_m et fuites de grille), de l'isolation des couches tampons (fuites de tampons, pièges et effets capacitifs), et de la capacité de dissipation thermique de la structure. Nous avons également mentionné les principales améliorations de ces dernières années du point de vue des matériaux épitaxiés, du dessin des hétérostructures et des procédés technologiques. Le traitement technologique a pris aujourd'hui une place prépondérante pour répondre aux exigences de fiabilité des dispositifs HEMTs III-N nécessaires à leur commercialisation.

Références du Chapitre II

- [1] M. A. Khan, J. N. Kuznia, J. M. V. Hove, N. Pan and J. Carter, *Applied Physics Letters* **60**, 3027-3029 (1992).
- [2] M. A. Khan, A. Bhattarai, J. N. Kuznia and D. T. Olson, *Applied Physics Letters* **63**, 1214-1215 (1993).
- [3] Y. F. Wu, B. P. Keller, S. Keller, D. Kapolnek, S. P. Denbaars and U. K. Mishra, *Electron Device Letters* **17**, 455 (1996).
- [4] U. K. Mishra, L. Shen, T. E. Kazior and Y. F. Wu, *Proceedings of the IEEE* **96**, 287-305 (2008).
- [5] O. Ambacher, J. Majewski, C. Miskys, A. Link, M. Hermann, M. Eickhoff, M. Stutzmann, F. Bernardini, V. Fiorentini, V. Tilak, B. Schaff and L. F. Eastman, *J. Phys.: Condens. Matter* **14**, 3399-3434 (2002).
- [6] O. Ambacher, B. Foutz, J. Smart, J. R. Shealy, N. G. Weimann, K. Chu, M. Murphy, A. J. Sierakowski, W. J. Schaff, L. F. Eastman, R. Dimitrov, A. Mitchell and M. Stutzmann, *Journal of Applied Physics* **87**, 334-344 (2000).
- [7] F. Bernardini, V. Fiorentini and D. Vanderbilt, *Physical Review B* **56**, R10024 (1997).
- [8] A. Polian, M. Grimsditch and I. Grzegory, *Journal of Applied Physics* **79**, 3343-3344 (1996).
- [9] A. F. Wright, *Journal of Applied Physics* **82**, 2833-2839 (1997).
- [10] R. Dingle, H. L. Stormer, A. C. Gossard and W. Wiegmann, *Applied Physics Letters* **33**, 665-667 (1978).
- [11] J. P. Ibbetson, P. T. Fini, K. D. Ness, S. P. DenBaars, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Applied Physics Letters* **77**, 250-252 (2000).
- [12] Z. H. Wu, M. Stevens, F. A. Ponce, W. Lee, J. H. Ryou, D. Yoo and R. D. Dupuis, *Applied Physics Letters* **90**, 032101 (2007).
- [13] G. Koley and M. G. Spencer, *Journal of Applied Physics* **90**, 337-344 (2001).
- [14] L. Hsu and W. Walukiewicz, *Journal of Applied Physics* **89**, 1783-1789 (2001).
- [15] B. K. Ridley, *Applied Physics Letters* **77**, 990-992 (2000).
- [16] E. T. Yu, X. Z. Dang, L. S. Yu, D. Qiao, P. M. Asbeck, S. S. Lau, G. J. Sullivan, K. S. Boutros and J. M. Redwing, *Applied Physics Letters* **73**, 1880-1882 (1998).
- [17] N. Baron, M. Leroux, N. Zeggaoui, P. Corfdir, F. Semond, Z. Bougrioua, M. Azize, Y. Cordier and J. Massies, *Physica Status Solidi (c)*, 1-4 (2009).
- [18] G. Martinez-Criado, A. Cros, A. Cantarero, O. Ambacher, C. R. Miskys, R. Dimitrov, M. Stutzmann, J. Smart and J. R. Shealy, *Journal of Applied Physics* **90**, 4735-4740 (2001).
- [19] O. Schuler and D. Théron, *Logiciel de Résolution Autocoherente des Equations de Schrödinger et de Poisson*, IEMN-CNRS (2005).

- [20] P. Lorenzini, Habilitation à Diriger des Recherches, CNRS-UPR 10 "caractérisation des hétérostructures AlGaIn/GaN: des propriétés de transport aux transistors à haute mobilité HEMT" (2004).
- [21] L. Shen, S. Heikman, B. Moran, R. Coffie, N. Q. Zhang, D. Buttari, I. P. Smorchkova, S. Keller, S. P. DenBaars and U. K. Mishra, *IEEE Electron Device Letters* **22**, 457-459 (2001).
- [22] H. Lahrèche, R. Langer, A. Wilk, J. Thuret, M. Lijadi, P. Bove, G. Dambrine and S. Delage, First International Symposium on Growth of III-Nitrides, Linköping, Sweden (2006).
- [23] H. Lahrèche, Picogiga International - Brevet **FR2875337**, date de publication 17/03/2006 (2006).
- [24] I. P. Smorchkova, L. Chen, T. Mates, L. Shen, S. Heikman, B. Moran, S. Keller, S. P. DenBaars, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Journal of Applied Physics* **90**, 5196-5201 (2001).
- [25] A. M. Dabiran, A. M. Wowchak, A. Osinsky, J. Xie, B. Hertog, B. Cui, D. C. Look and P. P. Chow, *Applied Physics Letters* **93**, 082111 (2008).
- [26] M. Higashiwaki, T. Mimura and T. Matsui, *IEEE Electron Device Letters* **27**, 719-721 (2006).
- [27] A. Bourret, C. Adelman, B. Daudin, J.-L. Rouvière, G. Feuillet and G. Mula, *Physical Review B* **63**, 245307 (2001).
- [28] Y. Cao and D. Jena, *Applied Physics Letters* **90**, 182112 (2007).
- [29] K. Lorenz, N. Franco, E. Alves, I. M. Watson, R. W. Martin and K. P. O'Donnell, *Physical Review Letters* **97**, 085501 (2006).
- [30] M. Gonschorek, J. F. Carlin, E. Feltin, M. A. Py and N. Grandjean, *Applied Physics Letters* **89** (2006).
- [31] F. Medjdoub, J. F. Carlin, M. Gonschorek, M. A. Py, N. Grandjean, S. Vandenbrouck, C. Gaquiere, J. C. Dejaeger and E. Kohn, *Electronics Letters* **42**, 779-780 (2006).
- [32] F. Medjdoub, D. Ducatteau, C. Gaquiere, J.-F. Carlin, M. Gonschorek, E. Feltin, M. A. Py, N. Grandjean and E. Kohn, *Electronics Letters* **43**, 71-72 (2007).
- [33] F. Medjdoub, J. F. Carlin, M. Gonschorek, E. Feltin, M. A. Py, D. Ducatteau, C. Gaquiere, N. Grandjean and E. Kohn, 2006 International Electron Devices Meeting, December 11-13, San Francisco CA, 673-676 (2006).
- [34] A. Gadanez, J. Blasing, A. Dadgar, C. Hums and A. Krost, *Applied Physics Letters* **90**, 221906 (2007).
- [35] F. Medjdoub, M. Alomari, J. F. Carlin, M. Gonschorek, E. Feltin, M. A. Py, N. Grandjean and E. Kohn, International Semiconductor Device Research Symposium, Vols 1 and 2, , 320-321 (2007).
- [36] J. Kuzmik, *Semicond. Sci. Technol.* **17**, 540-544 (2002).
- [37] U. K. Mishra and J. Singh, *Semiconductor Device Physics and Design*, Springer, p. 411.
- [38] P. Chevalier, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, p. 40 (1998).
- [39] F. D. Groote, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, p.21 (2007).
- [40] Y. Cordier, F. Semond, M. Hugues, F. Natali, P. Lorenzini, H. Haas, S. Chenot, M. Laügt, O. Tottereau, P. Vennegues and J. Massies, *Journal of Crystal Growth* **278**, 393-396 (2005).
- [41] Z. Bougrioua, M. Azize, A. Jimenez, A. F. Braña, P. Lorenzini, B. Beaumont, E. Muñoz and P. Gibart, *Physica Status Solidi (c)* **2**, 2424-2428 (2005).

- [42] A. Corrion, F. Wu, T. Mates, C. S. Gallinat, C. Poblentz and J. S. Speck, *Journal of Crystal Growth* **289**, 587-595 (2006).
- [43] S. Heikman, S. Keller, T. Mates, S. P. DenBaars and U. K. Mishra, *Journal of Crystal Growth* **248**, 513-517 (2003).
- [44] C. Poblentz, P. Waltereit, S. Rajan, S. Heikman, U. K. Mishra and J. S. Speck, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **22**, 1145-1149 (2004).
- [45] S. Haffouz, H. Tang, S. Rolfe and J. A. Bardwell, *Applied Physics Letters* **88**, 252114-3 (2006).
- [46] T. Palacios, A. Chakraborty, S. Heikman, S. Keller, S. P. DenBaars and U. K. Mishra, *IEEE Electron Device Letters* **27**, 13-15 (2006).
- [47] J. Liu, Y. G. Zhou, J. Zhu, Y. Cai, K. M. Lau and K. J. Chen, *IEEE Transactions on Electron Devices* **54**, 2-10 (2007).
- [48] T. Palacios, L. Shen, S. Keller, A. Chakraborty, S. Heikman, S. P. DenBaars, U. K. Mishra, J. Liberis, O. Kiprijanovic and A. Matulionis, *Applied Physics Letters* **89**, 073508 (2006).
- [49] J. Kuzmik, A. Kostopoulos, G. Konstantinidis, J. F. Carlin, A. Georgakilas and D. Pogany, *IEEE Transactions on Electron Devices* **53**, 422-426 (2006).
- [50] Y. Ando, Y. Okamoto, H. Miyamoto, T. Nakayama, T. Inoue and M. Kuzuhara, *IEEE Electron Device Letters* **24**, 289-291 (2003).
- [51] A. Chini, D. Buttari, R. Coffie, S. Heikman, S. Keller and U. K. Mishra, *IEEE Electron Letters* **40**, 73-74 (2004).
- [52] B. M. Green, K. K. Chu, E. M. Chumbes, J. A. Smart, J. R. Shealy and L. F. Eastman, *IEEE Electron Device Letters* **21**, 268-270 (2000).
- [53] B. M. Green, K. K. Chu, E. M. Chumbes, J. A. Smart, J. R. Shealy and L. F. Eastman, *IEEE Electron Device Letters* **21**, 268-270 (2000).
- [54] J. Derluyn, S. Boeykens, K. Cheng, R. Vandersmissen, J. Das, W. Ruythooren, S. Degroote, M. R. Leys, M. Germain and G. Borghs, *Journal of Applied Physics* **98** (2005).
- [55] M. A. Khan, X. Hu, A. Tarakji, G. Simin, J. Yang, R. Gaska and M. S. Shur, *Applied Physics Letters* **77**, 1339-1341 (2000).
- [56] K. Balachander, S. Arulkumaran, T. Egawa, Y. Sano and K. Baskar, *Materials Science and Engineering B* **119**, 36-40 (2005).
- [57] R. Coffie, D. Buttari, S. Heikman, S. Keller, A. Chini, L. Shen and U. K. Mishra, *IEEE Electron Device Letters* **23**, 588-590 (2002).
- [58] A. Jimnez, D. Buttari, D. Jena, R. Coffie, S. Heikman, N. Q. Zhang, L. Shen, E. Calleja, E. Munoz, J. Speck and U. K. Mishra, *IEEE Electron Device Letters* **23**, 306-308 (2002).
- [59] L. Shen, R. Coffie, D. Buttari, S. Heikman, A. Chakraborty, A. Chini, S. Keller, S. P. DenBaars and U. K. Mishra, *IEEE Electron Device Letters* **25**, 7-9 (2004).
- [60] L. Shen, T. Palacios, C. Poblentz, A. Corrion, A. Chakraborty, N. Fichtenbaum, S. Keller, S. P. Denbaars, J. S. Speck and U. K. Mishra, *IEEE Electron Device Letters* **27**, 214-216 (2006).

- [61] V. Adivarahan, M. Gaevski, W. H. Sun, H. Fatima, A. Koudymov, S. Saygi, G. Simin, J. Yang, M. A. Khan, A. Tarakji, M. S. Shur and R. Gaska, *IEEE Electron Device Letters* **24**, 541-543 (2003).
- [62] M. H. Wong, S. Rajan, R. M. Chu, T. Palacios, C. S. Suh, L. S. McCarthy, S. Keller, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Physica Status Solidi (a)* **204**, 2049-2053 (2007).
- [63] M. H. Wong, Y. Pei, T. Palacios, L. Shen, A. Chakraborty, L. S. McCarthy, S. Keller, S. P. DenBaars, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Applied Physics Letters* **91** (2007).
- [64] S. Rajan, A. Chini, M. H. Wong, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Journal of Applied Physics* **102** (2007).
- [65] S. Keller, C. S. Suh, Z. Chen, R. Chu, S. Rajan, N. A. Fichtenbaum, M. Furukawa, S. P. DenBaars, J. S. Speck and U. K. Mishra, *Journal of Applied Physics* **103** (2008).
- [66] Y. F. Wu, A. Saxler, M. Moore, R. P. Smith, S. Sheppard, P. M. Chavarkar, T. Wisleder, U. K. Mishra and P. Parikh, *IEEE Electron Device Letters* **25**, 117-119 (2004).
- [67] Y. F. Wu, M. Moore, A. Saxler, T. Wisleder and P. Parikh, *Device Research Conference*, 2006 64th, 151 (2006).
- [68] R. Behtash, H. Tobler, M. Neuburger, A. Schurr, H. Leier, Y. Cordier, F. Semond, F. Natali and J. Massies, *IEEE Electronics Letters* **39**, 626- 627 (2003).
- [69] J. W. Johnson, E. L. Piner, A. Vescan, R. Therrien, P. Rajagopal, J. C. Roberts, J. D. Brown, S. Singhal and K. J. Linthicum, *IEEE Electron Device Letters* **25**, 459-461 (2004).
- [70] A. Minko, V. Hoel, S. Lepilliet, G. Dambrine, J. C. De Jaeger, Y. Cordier, F. Semond, F. Natali and J. Massies, *IEEE Electron Device Letters* **25**, 167-169 (2004).
- [71] D. C. Dumka, C. Lee, H. Q. Tserng, P. Saunier and M. Kumar, *IEEE Electronics Letters*. **40**, 1023 (2004).
- [72] D. Ducatteau, A. Minko, V. Hoel, E. Morvan, E. Delos, B. Grimbert, H. Lahreche, P. Bove, C. Gaquiere, J. C. D. Jaeger and S. Delage, *IEEE Electron Device Letters* **27**, 7-9 (2006).
- [73] Y. Pei, F. Recht, N. Fichtenbaum, S. Keller, S. P. DenBaars and U. K. Mishra, *IEEE Electronics Letters* **43**, 1466-1467 (2007).
- [74] V. Kumar, G. Chen, S. Guo, B. Peres, I. Eliasevich and I. Adesida, *IEEE Electronics Letters* **41**, 1080-1081 (2005).
- [75] S. Nakamura, M. Senoh and T. Mukai, *Jpn. J. Appl. Phys.* **32**, L8-L11 (1993).
- [76] T. Takeuchi, H. Amano, K. Hiramatsu, N. Sawaki and I. Akasaki, *Journal of Crystal Growth* **115**, 634-638 (1991).
- [77] G. Supratik and A. B. Nestor, *Applied Physics Letters* **72**, 415-417 (1998).
- [78] A. T. Chuong, A. Osinski, R. F. Karliceck, Jr. and I. Berishev, *Applied Physics Letters* **75**, 1494-1496 (1999).
- [79] A. T. Schremer, J. A. Smart, Y. Wang, O. Ambacher, N. C. MacDonald and J. R. Shealy, *Applied Physics Letters* **76**, 736-738 (2000).
- [80] F. Semond, Y. Cordier, N. Grandjean, F. Natali, B. Damilano, S. Vézian and J. Massies, *Physica Status Solidi (a)* **188**, 501-510 (2001).

- [81] M. I. Hiroshi Amano, Takayuki Kashima, Maki Katsuragawa, Isamu Akasaki, Jung Han¹, Sean Hearn¹, Jerry A. Floro¹, Eric Chason¹ and Jeffrey Figiel¹, *Japanese Journal of Applied Physics* **37**, L1540 (1998).
- [82] A. Dadgar, J. Bläsing, A. Diez, A. Alam, M. Heuken and A. Krost, *Japanese Journal of Applied Physics* **39**, L1183 (2000).
- [83] S. A. Nikishin, N. N. Faleev, V. G. Antipov, S. Francoeur, L. G. d. Peralta, G. A. Seryogin, H. Temkin, T. I. Prokofyeva, M. Holtz and S. N. G. Chu, *Applied Physics Letters* **75**, 2073-2075 (1999).
- [84] F. Eric, B. Beaumont, M. Laugt, P. d. Mierry, P. Vennegues, H. Lahreche, M. Leroux and P. Gibart, *Applied Physics Letters* **79**, 3230-3232 (2001).
- [85] T. Weeks, J. R. Warren, L. P. Edwin, T. Gehrke and K. J. Linthicum, Nitronex Corporation - Brevet **WO0248434**, date de publication 20/06/2002 (2002).
- [86] A. Watanabe, T. Takeuchi, K. Hirosawa, H. Amano, K. Hiramatsu and I. Akasaki, *Journal of Crystal Growth* **128**, 391-396 (1993).
- [87] F. Natali, Elaboration, étude et application d'hétérostructures (Al,Ga)N/GaN épitaxiées par jets moléculaires sur Si(111), Université de Nice-Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat** (2003).
- [88] A. Lelouarn, Première étape de la croissance de GaN sur Si(111): la nucléation d'AlN, **Thèse de doctorat**, Université de Nice-Sophia Antipolis (2006).
- [89] F. Semond et al, US patent 2003/0136333.
- [90] C. Consejo, S. Contreras, L. Konczewicz, P. Lorenzini, Y. Cordier, C. Skierbiszewski and J. L. Robert, *Physica Status Solidi (c)* **2**, 1438-1443 (2005).
- [91] P. Muret, C. Ulzhöfer, J. Pernot, Y. Cordier, F. Semond, C. Gacquièrre and D. Théron, *Superlattices and Microstructures* **36**, 435-443 (2004).
- [92] S. Hashimoto, Y. Yoshizumi, T. Tanabe and M. Kiyama, *Journal of Crystal Growth* **298**, 871-874 (2007).
- [93] X. A. Cao, H. Lu, E. B. Kaminsky, S. D. Arthur, J. R. Grandusky and F. Shahedipour-Sandvik, *Journal of Crystal Growth* **300**, 382-386 (2007).
- [94] L. Bouguen, S. Contreras, B. Jouault, L. Konczewicz, J. Camassel, Y. Cordier, M. Azize, S. Chenot and N. Baron, *Applied Physics Letters* **92**, 043504 (2008).
- [95] G. Steude, B. K. Meyer, A. Goldner, A. Hoffmann, F. Bertram, J. Christen, H. Amano and I. Akasaki, *Applied Physics Letters* **74**, 2456-2458 (1999).
- [96] S. T. Bradley, S. H. Goss, J. Hwang, W. J. Schaff and L. J. Brillson, *Journal of Applied Physics* **97**, 084502 (2005).

Chapitre

III

Table des matières

III. L'ingénierie de l'hétérostructure HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111)	85
III1. Variation des conditions de croissance	86
III11. Impact sur les propriétés structurales	86
a. Déformation biaxiale et courbure de l'échantillon	86
b. Relaxation de la contrainte biaxiale	92
c. Dislocations traversantes et relaxation de la contrainte	97
d. Type de dislocation et activité électrique	101
III12. Impact sur les propriétés électriques	103
a. Gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG)	103
b. Couche tampon	105
III13. Conclusion	107
III2. Les paramètres clés de la croissance	108
III21. La couche tampon GaN	108
a. La température de croissance	108
b. Croissance hybride EJM-NH ₃ /EJM-N ₂	117
c. L'épaississement du tampon GaN	122
d. Conclusion	124
III22. La désoxydation du substrat silicium	125
a. La désoxydation thermique <i>in situ</i>	125
b. La désoxydation chimique <i>ex situ</i>	126
c. Fissures enterrées et boursouflures	133
d. Conclusion	140
III23. Nucléation de l'AlN sur Si(111)	140
a. Procédure « standard » de nucléation d'AlN	140
b. Variantes de la procédure de nucléation d'AlN	143
c. Conclusion	151
III24. Dessin des couches intercalaires	151
a. Impact sur les propriétés structurales et électriques du HEMT	152
b. Conclusion	157
III3. Conclusion	158

III. L'ingénierie de l'hétérostructure HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111)

Comme nous avons vu au **Chapitre II paragraphe II22b et II22c**, les caractéristiques de sortie (puissance, fréquence) du transistor HEMT (High Electron Mobility Transistor) (Al,Ga)N/GaN dépendent des propriétés de transport du gaz d'électrons bidimensionnel 2DEG (produit $N_s \cdot \mu$), de la modulation de charges dans le canal par la tension de grille (transconductance g_m et fuites de grille), de l'isolation des couches tampons (fuites de tampons, pièges et effets capacitifs), et de la dissipation thermique de la structure. Les défauts tels que les dislocations traversantes qui pour certaines peuvent piéger des charges, affectent les propriétés de transport du gaz d'électrons bidimensionnel [1] (**Chapitre II paragraphe II21c**), ainsi que les propriétés d'isolation des couches tampon [2-4] (**Chapitre II paragraphe II32b**) et la qualité de la grille Schottky [5].

Pour des applications de type HEMT, les couches tampon doivent permettre l'obtention d'un canal de bonne qualité structurale et électrique, avec un minimum de rugosité d'interface, de dislocations, de pièges et d'impuretés ionisées qui jouent sur l'isolation des couches tampon et sur lesquelles la diffusion des électrons serait néfaste pour les propriétés de transport. Du point de vue des épitaxieurs, l'amélioration des performances puissance/fréquence du transistor HEMT (Al,Ga)N/GaN et de sa fiabilité passe donc par la réduction de la densité de dislocations, l'épaississement de la couche tampon GaN (ingénierie des contraintes), et l'amélioration de la dissipation thermique. Cette dernière est pour l'essentiel liée au substrat mais aussi dans une certaine mesure à l'épaisseur et à la qualité des couches.

Comme nous l'avons vu au **Chapitre I paragraphes I23 et I24**, l'hétéroépitaxie des composés III-N sur substrat Si(111) souffre d'une contrainte extensive importante au cours du refroidissement post croissance. Le développement des structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN épitaxiées sur substrat Si(111) dépend donc à la fois de la gestion de la densité de dislocations et de la contrainte résiduelle, pour obtenir des couches non fissurées peu disloquées, et des courbures d'échantillons compatibles avec les exigences des procédés technologiques.

La thèse avait pour objectif d'identifier les paramètres de croissance susceptibles d'avoir un impact notable sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT, et notamment sur l'isolation électrique des couches tampons et le transport des électrons dans le canal.

Forts de l'expérience acquise par le CRHEA et PICOGIGA sur la croissance des composés III-N sur substrat Si(111), et disposant d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN de référence, optimisée et brevetée [6] (**Chapitre II paragraphe II32**), nous présentons dans ce **Chapitre III** les différentes optimisations du procédé de croissance et de l'agencement des couches épitaxiées développées au cours de la thèse.

III1. Variation des conditions de croissance

A partir d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN «standard» épitaxiée sur substrat Si(111) présentée au **Chapitre II paragraphe II32**, et selon un procédé de croissance de référence que nous détaillerons au fur et à mesure dans ce chapitre, nous avons fait varier un certain nombre de conditions de croissance pour évaluer leur influence sur les propriétés structurales et électriques de la structure HEMT. Les toutes premières étapes de la croissance ont été modifiées, en particulier la désoxydation et la nitruration du substrat. Nous avons également fait varier le rapport V/III durant la croissance, notamment pour les couches d'AlN. Aussi, les vitesses et les températures de croissance ont été modifiées, particulièrement pour la couche tampon GaN. Enfin, nous avons modifié les épaisseurs des différentes couches, et en particulier celles des couches enterrées AlN/GaN.

Les échantillons obtenus ont systématiquement fait l'objet de caractérisations structurales et électriques dont les principes et les méthodologies utilisées sont détaillés en **Annexe A**. Nous allons présenter dans un premier temps les principaux résultats obtenus pour l'ensemble des structures HEMTs en mettant en évidence certaines corrélations entre propriétés structurales et propriétés électriques. Nous rentrerons ensuite au **paragraphe III2** dans les détails de chaque étape clé de la croissance en discutant de leur impact sur la structure HEMT.

III11. Impact sur les propriétés structurales

a. Déformation biaxiale et courbure de l'échantillon

La **Figure III-1** représente la position en énergie de l'exciton libre A du GaN (PL à 10K) et la déformation biaxiale déduite à température ambiante (300K) selon l'**Equation I-18** donnée au **Chapitre I**, en fonction de la courbure finale de l'échantillon (300K), pour un ensemble de structures HEMTs dont les paramètres de croissance ont été modifiés.

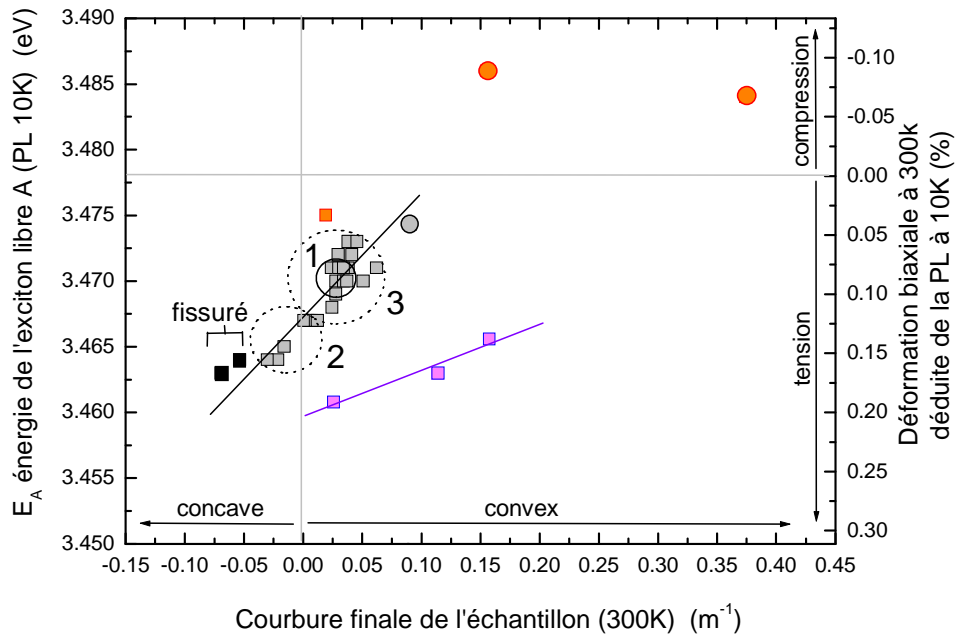


Figure III-1 : énergie de l'exciton libre A du GaN (E_A) mesurée par photoluminescence et réflectivité à 10K et la déformation biaxiale (ϵ_{xx}) déduite à température ambiante (300K) selon l'équation I-18 donnée au Chapitre I, en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante (300K)

Formes

- Carré : HEMTs sur Si(111) désoxydé thermiquement dans le bâti d'épitaxie (*in situ*)
- Rond : HEMTs sur Si(111) désoxydé chimiquement (*ex situ*)

Couleurs

- Gris : croissance ammoniac (NH_3)
- Noir : croissance ammoniac (NH_3) et température de croissance du GaN augmentée de 20°C
- Magenta : croissance eplasma N_2 pour une partie de la couche tampon GaN
- Orange : modification du dessin des couches enterrées (nucléation AlN et intercalaire AlN/GaN)

Rappelons que la PL nous informe sur l'état de déformation des couches proches de la surface tandis que la courbure rend compte de la déformation moyenne des couches épitaxiées (voir **Chapitre I paragraphe I25**). Précisons qu'une courbure positive (négative) correspond à un échantillon de forme convexe (concave) et signifie que la structure épitaxiée subit une déformation moyenne compressive (extensive).

Remarque importante : La courbure d'un échantillon résulte de l'addition des contraintes présentes dans chaque couche de la structure. La comparaison de sa valeur ou de son évolution ne peut donc se faire rigoureusement que pour des empilements identiques en épaisseurs et matériaux utilisés. Pour un certain nombre d'échantillons (couleur orange), les couches enterrées de la structure HEMT

ont été modifiées (couche de nucléation AlN et couches intercalaires AlN/GaN). Leur courbure ne peut donc être comparée ni entre elles ni à celles des autres structures HEMTs.

Sur la **Figure III-1**, le *groupe n°1* correspond aux structures HEMTs de référence épitaxiées selon une procédure dite « standard » qui sera détaillée au **paragraphe III2** à mesure de la discussion sur les étapes clés de la croissance.

L'influence de certains paramètres de croissance sera présentée et discutée en détail au **paragraphe III2**, mais nous pouvons d'hors et déjà faire quelques commentaires généraux à partir de la **Figure III-1**.

A partir de la procédure de croissance « standard », une simple variation dans les premières étapes de la croissance, notamment la préparation du substrat (désoxydation et nitruration) et les conditions de nucléation de l'AlN, affecte clairement la déformation des couches épitaxiées (courbure κ) et celle du GaN de surface (déformation biaxiale ε_{xx}). En effet, comparée à une désoxydation thermique *in situ* « standard », une désoxydation chimique *ex situ* du substrat (**Figure III-1** rond gris) conduit à une courbure convexe plus importante de l'échantillon. De plus, une désoxydation thermique *in situ* sous une pression résiduelle d'ammoniac trop élevée, ou encore un procédé de nucléation qui ne respecte pas la procédure « standard » décrite dans la référence [7], conduisent à des couches GaN en plus forte tension à température ambiante (**Figure III-1** *groupe n°2*). D'autre part, la variation de la pression d'ammoniac dans la chambre de croissance au cours de l'épitaxie (entre 10 et 200 sccm) et des vitesses de croissance (entre 0,5 et 1 $\mu\text{m/h}$ pour GaN et entre 0,1 et 0,25 $\mu\text{m/h}$ pour AlN) n'influencent que faiblement l'état de déformation finale du GaN (**Figure III-1** *groupe n°3*). Enfin, la température de croissance de la couche tampon GaN a un effet important sur son état de déformation. En effet, une augmentation de 20°C par rapport à la température de croissance « standard » conduit à une importante modification de la déformation du GaN à température ambiante (**Figure III-1** carrés noirs) qui a pour conséquence la fissuration des couches épitaxiées.

L'utilisation d'un plasma N_2 comme précurseur de l'azote pour la croissance d'une partie du tampon GaN (**Figure III-1** carrés magenta), ou encore la modification des épaisseurs des couches enterrées AlN/GaN (**Figure III-1** carrés et ronds oranges), influence notablement l'état de contrainte des couches épitaxiées. La même corrélation entre courbure et déformation est observée, mais à d'autres degrés.

Cette corrélation entre la courbure finale des échantillons (κ) et l'état de déformation (ϵ_{xx}) du GaN proche de la surface s'explique assez simplement, de même que la possibilité d'avoir à la fois un échantillon de forme convexe et des couches de surface en tension. Comme nous l'avons vu au **Chapitre I paragraphes I23 et I24**, une couche contrainte tend à retrouver son paramètre de maille relaxé via une relaxation élastique (sans génération de défauts) et/ou plastique (génération de défauts). Ainsi, un gradient de déformation est présent dans chacune des couches épitaxiées. Cet effet a pu être clairement identifié en 2003 par Franck Natali [8] pour la couche tampon de GaN, en mesurant *in situ* par RHEED l'évolution du paramètre de maille a du GaN dans le plan de croissance au cours de son épaisseur (Figure III-2).

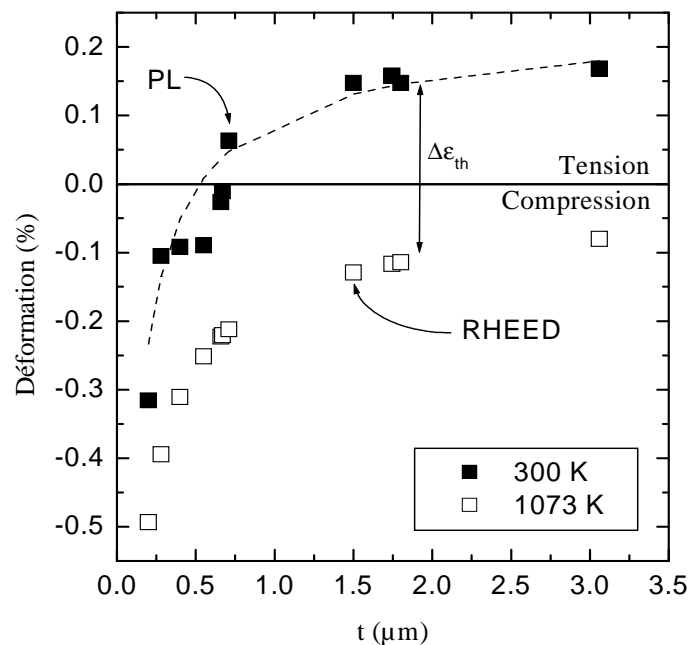


Figure III-2 : évolution de la déformation dans le plan (%) à température de croissance (carrés vides) et à température ambiante (carrés noirs) d'une couche tampon de GaN en fonction de son épaisseur t (μm). Ces données sont respectivement calculées à partir de la variation du paramètre de maille mesuré *in situ* par RHEED à la température de croissance (1073K) et déduites d'expériences de réflectivité et de PL à 10K. La ligne en pointillée correspond à la variation de la déformation à température ambiante calculée en ajoutant une déformation extensive (due au refroidissement post-croissance) à la déformation mesurée à température de croissance. D'après F. Natali [8].

Le GaN contraint en compression sur l'AlN (désaccord paramétrique de 2,4%) tend à retrouver son paramètre de maille relaxé au cours de la croissance (1073K), et un gradient de déformation est bel et bien observé sur la **Figure III-2** (carrés blancs). A température ambiante (300K), le décalage en tension de ce gradient de déformation (carrés noirs) est induit par la contrainte thermo-élastique subie par la structure au cours du refroidissement post croissance (voir **Chapitre I paragraphe I23c**). Notons que cette étude confirme le fait que l'émission de photoluminescence provient principalement

d'une zone proche de la surface (~200-300 nm) et d'une quantité de matériau présentant le même état de déformation.

Nous pouvons remarquer qu'une telle couche tampon de GaN non fissurée est en extension à température ambiante (300K) pour une épaisseur supérieure à 600 nm. La partie en compression ne représente donc qu'une faible fraction de l'épaisseur totale de la couche. En fait, c'est l'énergie élastique extensive totale de la couche qui va déterminer la fissuration ou non de la couche. La fissuration se produira si l'énergie élastique emmagasinée dans la structure par la déformation extensive dépasse l'énergie nécessaire à la formation de fissures, directement reliée à l'énergie de surface des plans (10-10) et (11-20) [9] (voir **Chapitre I paragraphe I24b**). D'une manière générale, pour une même épaisseur de la couche tampon GaN, plus l'épaisseur du GaN en compression sera grande, moins la structure aura tendance à fissurer. Autrement dit, moins la couche tampon de GaN se relaxe, moins elle aura tendance à fissurer. Par conséquent, la vitesse de relaxation à température de croissance de la contrainte compressive dans la couche tampon GaN semble être un facteur déterminant pour le contrôle de la contrainte résiduelle à température ambiante et l'obtention de couches épaisses non fissurées. Nous en aurons la confirmation au **paragraphe III2**.

Cette relaxation de la contrainte biaxiale pour la couche tampon de GaN, ainsi que pour les autres couches de la structure HEMT, s'observe également par une mesure *in situ* de la courbure¹ de l'échantillon durant sa croissance (**Figure III-3**) [10].

¹ Ces mesures ont été réalisées dans le cadre d'une collaboration avec la société allemande LAYTEC.

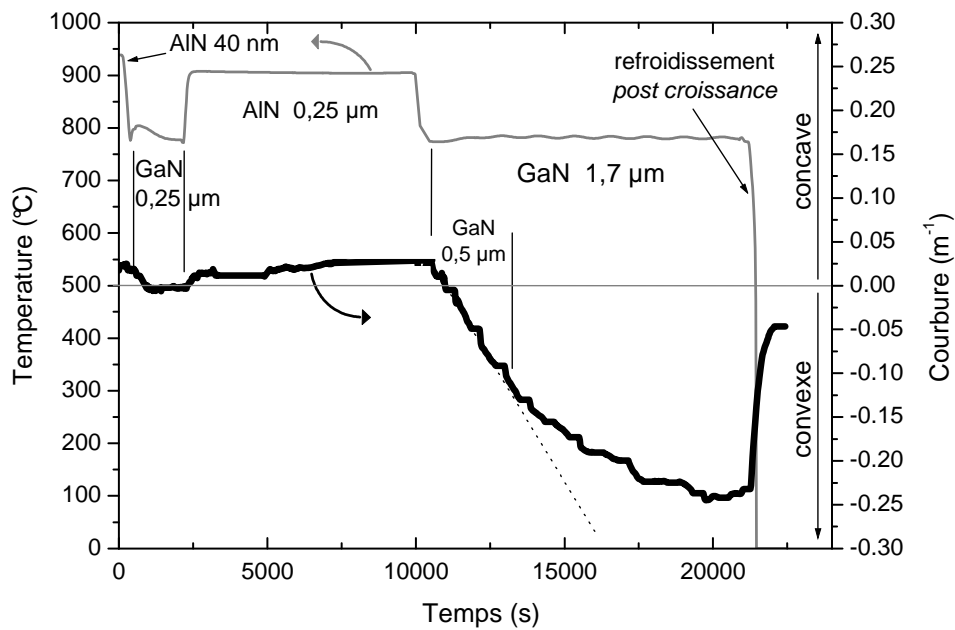


Figure III-3 : mesure *in situ* de la courbure (noir) et de la température (gris) d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN « standard » au cours de sa croissance sur substrat Si(111)

Rappelons que la mesure de courbure englobe l'état de contrainte de toutes les couches de la structure et nous donne par conséquent une information sur la déformation moyenne des couches épitaxiées. Précisons que sur la **Figure III-3**, une courbure négative signifie que la structure épitaxiée subit une déformation moyenne compressive.

La courbure du substrat dépend principalement de la nature et de l'épaisseur du film déposé [11, 12] et l'équation de Stoney [13] donne une relation simple entre la déformation (ou la contrainte) biaxiale du film déposé et la courbure de l'échantillon ($\epsilon_f = M_s h_s^2 \kappa / 6 M_f h_f$, voir **Equation I-17 Chapitre I paragraphe I25b**). Un film épitaxié avec une contrainte constante induirait une augmentation linéaire de la courbure de l'échantillon avec l'épaisseur déposée. Par conséquent, l'évolution de la courbure observée à la **Figure III-3** confirme la présence d'un gradient de contrainte dans chacune des couches épitaxiées. La pente de la courbure traduit le taux de relaxation de la couche : une pente nulle signifie que le matériau est complètement relaxé (taux de relaxation = 100%). Ainsi, on observe qu'à la différence de la première couche de GaN intercalaire rapidement relaxée, la courbure de l'échantillon se développe quasi linéairement à mesure de l'épaississement de la couche tampon de GaN avant de commencer à saturer pour une épaisseur de l'ordre de 0,5 μm . De cette courbure on peut donc en déduire une relaxation beaucoup plus lente du tampon GaN lui permettant de maintenir une déformation moyenne suffisamment compressive pour compenser la contrainte extensive générée lors du refroidissement et éviter ainsi la fissuration des couches épitaxiées. Cette contrainte extensive post croissance se traduit par une diminution de la convexité de l'échantillon que l'on observe à la fin de l'expérience.

b. Relaxation de la contrainte biaxiale

La comparaison de la **Figure III-3** et des clichés de microscopie électronique en transmission (MET) de la **Figure III-4**, montrent que la relaxation de la contrainte biaxiale semble d'autant plus rapide que le nombre de défauts initiaux est élevé. Ces images MET représentent la section d'une structure HEMT « standard » pour les champs sombres $g = (11-20)$ et $g = (0002)$ et permettent d'identifier la nature des dislocations. Les dislocations de type $a+c$ (mixtes) sont visibles sur les deux clichés, tandis que les dislocations de type a (coins) et c (vis) sont visibles respectivement sur la **Figure III-4a** et **III-4b**.

Comme nous pouvons le constater sur la **Figure III-4**, les 3 interfaces AlN/GaN successives contribuent à la réduction de la densité de dislocations traversantes (ρ_{TD}) [7]. Lors de l'épitaxie du GaN sur la couche de nucléation AlN épaisse de quelques dizaines de nanomètres, on assiste à une élimination rapide d'une partie des dislocations traversantes $\rho_{TD} \sim 5 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ pour rejoindre une densité $\rho_{TD} \sim 5 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$. Cette première couche de GaN qui contient un très grand nombre de dislocations traversantes (**Figure III-4**) relaxe rapidement (**Figure III-3**). La présence de demi-boucles de dislocations à l'interface GaN/AlN, difficiles à voir sur le cliché MET, n'est pas à exclure. L'interface la plus efficace pour le filtrage des dislocations est clairement la dernière, entre l'AlN intercalaire de 250 nm et le tampon GaN, couche dans laquelle la densité de dislocations traversantes ρ_{TD} finit à quelques 10^9 cm^{-2} après 1,7 μm d'épaisseur. Cette deuxième couche de GaN présente une relaxation plus graduelle que la première couche (**Figure III-3**). Dans les 200 premiers nanomètres de la couche tampon GaN, juste au dessus de l'AlN intercalaire, nous pouvons observer une région de transition dans laquelle les dislocations traversantes sont nombreuses et courbées, ce qui favorise leur élimination par la formation de demi-boucles (voir **Chapitre I paragraphe I24b**) et limite ainsi leur propagation dans le reste de la couche. Les dislocations qui se courbent proviennent des couches inférieures et ne semblent pas ou très peu être nucléées à l'interface GaN/AlN.

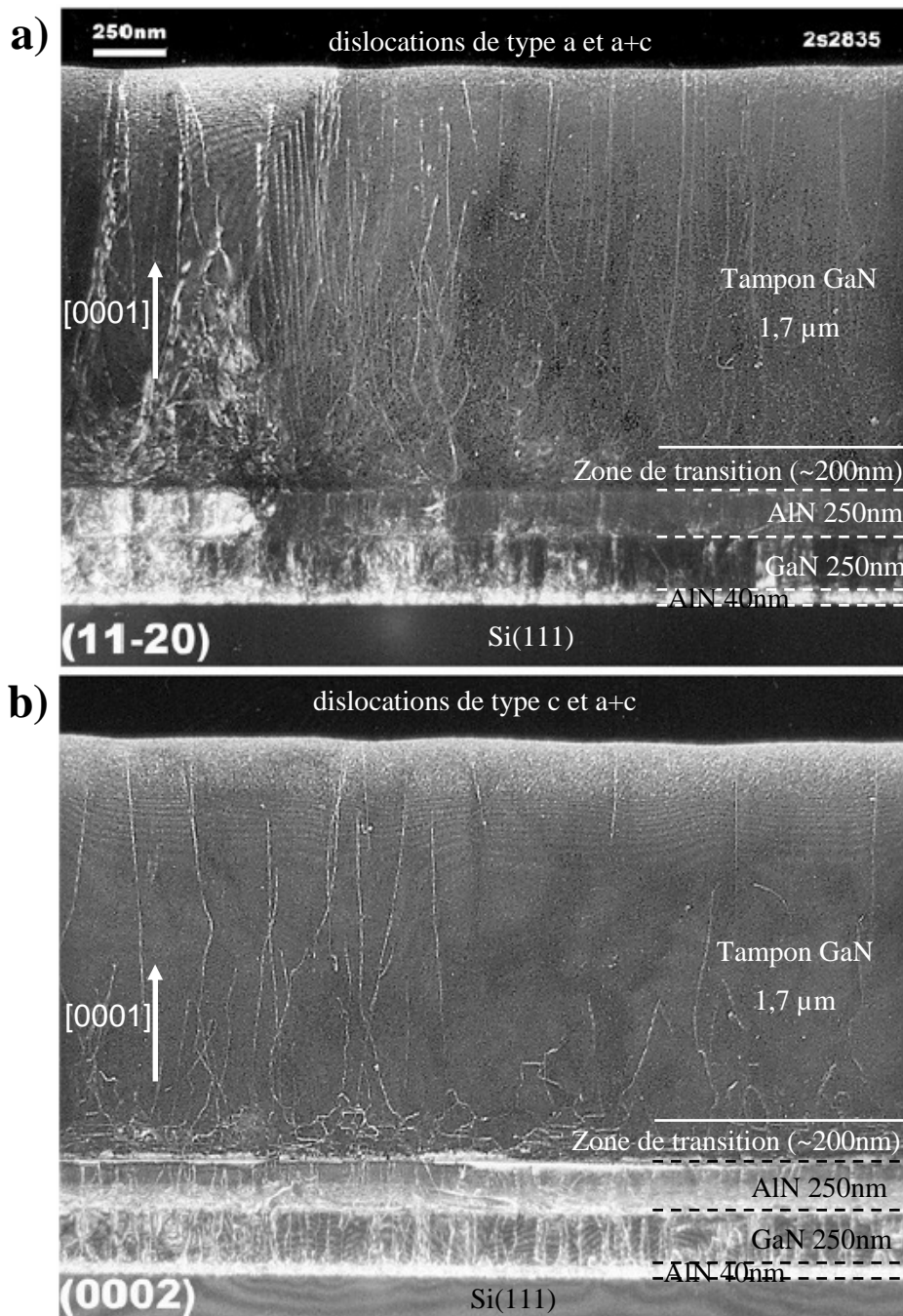


Figure III-4 : microscopie électronique en transmission (MET) d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN « standard » épitaxiée sur substrat Si(111) mettant en évidence a) les dislocations pures coins et mixtes (type *a* et *a+c*) et b) les dislocations pures vis et mixtes (type *c* et *a+c*). La zone observée est la même sur les clichés a) et b).

Cette partie basse de la couche tampon GaN, dans laquelle l'interaction entre dislocations se trouve favorisée (« zone de transition » **Figure III-4**), correspond à la région où la vitesse de relaxation du GaN est la plus importante (**Figures III-2** et **III-3**). La relaxation de la contrainte compressive avec l'épaississement du tampon GaN semble donc concomitante avec la diminution de la densité de dislocations traversantes et de leur angle d'inclinaison.

Deux systèmes de relaxation sont identifiables par microscopie MET :

- la génération de demi-boucles de dislocations de type a et $a+c$ durant la croissance, qui est relativement connue dans les nitrures, même si leur mécanisme exact de formation n'est pas clairement expliquée [14, 15]
- la courbure des dislocations traversantes de type a et $a+c$ par rapport à la direction [0001] depuis une interface et jusqu'à une certaine épaisseur critique à partir de laquelle l'angle d'inclinaison est nul.

Comme nous l'avons vu au **Chapitre I paragraphe I24b**, la relaxation plastique de la contrainte biaxiale due au désaccord paramétrique entre la couche (Al,Ga)N et le substrat Si(111) peut avoir lieu au travers de l'inclinaison des dislocations traversantes de type coin (a et $a+c$) et la formation de demi-boucles de dislocations. Ces dislocations inclinées, qui possèdent une composante de leur vecteur directeur \vec{u} dans le plan de croissance (0001), sont majoritaires dans les matériaux III-N cristallisant en phase wurtzite et dont la croissance est orientée selon la direction [0001].

Les dislocations traversantes subissent la contrainte biaxiale σ_{xx} par l'intermédiaire de la force de Peach-Koehler (**Equation I-15**), mais ne peuvent théoriquement pas glisser sous l'effet de cette force pour aligner un segment parallèle au plan de croissance (0001) car la contrainte résolue dans les plans prismatiques (plan de glissement (10-10)) est nulle. Ce phénomène d'inclinaison doit donc s'apparenter à une montée plutôt qu'à un processus de glissement. Les forces qui agissent sur les dislocations traversantes et qui pourraient les faire sortir de leur plan de glissement sont à relier à d'autres effets. Au cours de l'épitaxie, le cœur de la dislocation émergente en surface interagit à chaque instant avec le front de croissance. L'environnement de croissance en surface (température, rapport V/III, sursaturation d'espèces, de défauts ponctuels, ...) pourrait dans certaines conditions favoriser la montée des dislocations traversantes et les faire sortir de leur plan de glissement. Une fois sorties (par montée par exemple) de leur propre plan de glissement, les dislocations traversantes peuvent relaxer la contrainte biaxiale grâce à la composante de leur vecteur ligne \vec{u} dans le plan de croissance. La contrainte résolue dans le plan de glissement de ces dislocations traversantes inclinées n'est pas nulle. Par conséquent, en plus des mécanismes de surface qui influenceront leur montée, la force de Peach-Koehler influencera l'inclinaison de leur ligne de dislocation.

Une dislocation coin induit toujours un champ de contrainte en surface composé d'une zone en compression et d'une zone en tension (plan atomique supplémentaire du côté en compression). La diffusion des espèces autour de la dislocation sera donc perturbée et pourra induire une rugosité locale. En effet, on peut supposer que le GaN aura tendance à se former dans la zone en tension pour se rapprocher de son paramètre de maille à l'équilibre, et il a été montré également que la diffusion des espèces en surface d'un matériau en compression se trouve facilitée [16, 17]. Par conséquent, c'est

l'apport de matière du côté en tension cumulé à la force de Peach-Koehler subie (**Equation I-15**) qui permettra la montée de la dislocation traversante. En comparant la **Figure III-4** avec les **Figures III-2** et **III-3**, nous constatons que la diminution de l'angle d'inclinaison des dislocations traversantes a et $a+c$ (coins et mixtes) accompagne la diminution graduelle du champ de contrainte appliquées sur ces dislocations. Nous verrons au **paragraphe III21a** que certains paramètres de croissance ont une influence notable sur la courbure des dislocations, notamment la température de croissance du tampon GaN.

La **Figure III-5** ci-dessous schématise l'inclinaison d'une dislocation traversante pure coin, les zones en compression et en tension en surface de part et d'autre de la ligne de la dislocation, ainsi que les composantes de la force de Peach-Koehler dans le cas d'une déformation biaxiale compressive (voir **Chapitre I paragraphe I24b Equation I-15**). La direction de la force de Peach-Koehler est la même que la direction d'inclinaison de la dislocation traversantes et elle est directement proportionnelle à la déformation biaxiale.

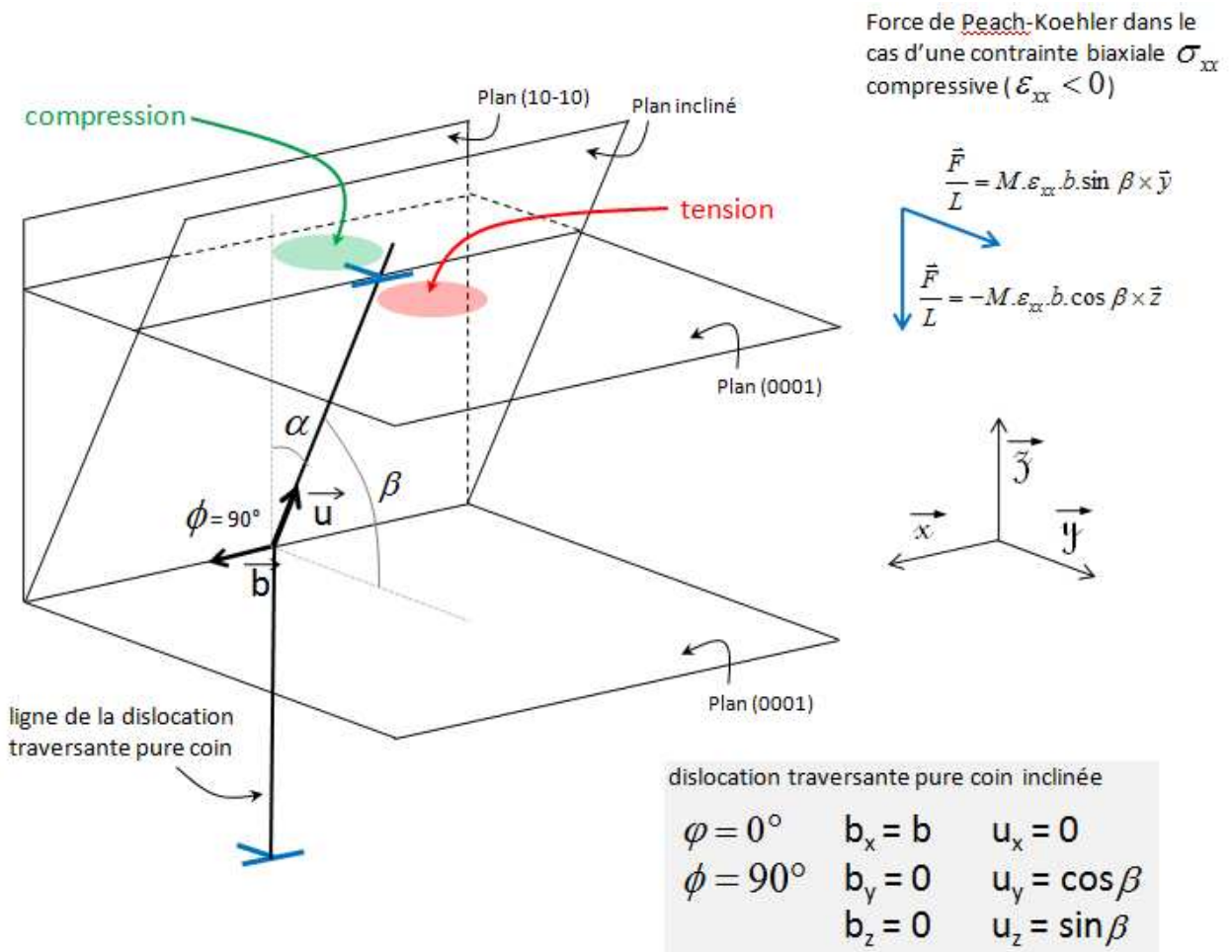


Figure III-5 : dislocation traversante pure coin inclinée d'un angle α par rapport à son plan de glissement (10-10), champ de contrainte en surface induit par la dislocation traversante et force de Peach-Koehler dans le cas d'une déformation biaxiale compressive.

Une corrélation entre l'évolution de la contrainte et le comportement des dislocations traversantes a déjà été reportée pour des croissance EJM et EPVOM [15, 18-24]. P. Cantu et al [25] considèrent que l'angle d'inclinaison est défini au départ et est maintenu de par les conditions de croissance fixant les mécanismes de diffusion des atomes en surface. A.E. Romanov et J.S. Speck [21] apparentent cette inclinaison à une sorte de « montée effective » de la dislocation provoquée par la rugosité de surface. Mais il est curieux dans cette étude de ne pas voir varier l'angle d'inclinaison en fonction de la relaxation de la couche. M. Benaïssa et P. Vennéguès [26] ont observé que l'inclinaison de dislocations pouvait être générée par l'avancée de marches en surface de l'AlN. Notons enfin qu'une dépendance de la nucléation des demi-boucles de dislocations avec le champ de contrainte biaxiale a été montrée par Franck Natali [8] lors de la croissance de couche épaisse d'(Al,Ga)N sur AlN où l'effet d'annihilation des dislocations traversantes diminuait avec l'augmentation de la concentration en aluminium (diminution du désaccord paramétrique entre l'(Al,Ga)N et l'AlN).

Sylvain Joblot [27] a tenté d'interpréter la cinétique de relaxation de la couche tampon GaN à partir d'images MET et MFA en reliant l'effet de la relaxation de la contrainte à trois modes de relaxation plastique :

- l'introduction de dislocations d'interface de composante a suivant les directions $\langle 11-20 \rangle$. Ce système de relaxation dépend de la rugosité de surface et de l'état de contrainte dans les premières monocouches du GaN. Même si on observe un régime de croissance bidimensionnel au RHEED, il existe toujours une légère rugosité en surface du GaN. C'est par l'établissement d'une telle rugosité que 0,5% des 2,4% de désaccord paramétrique entre l'AlN et le GaN seraient relaxés lors du dépôt des premières monocouches de GaN sur l'AlN. La formation en surface d'îlots de faible dimension (palets) a été observée au cours de la croissance 2D des premières monocouches d'AlN sur GaN ou de GaN sur AlN [28]. Cette relaxation élastique au départ peut alors devenir plastique par l'insertion de dislocations d'interface de type a lors de la coalescence de ces îlots ou par l'insertion de lacunes dans n'importe quelle autre type de rugosité de surface.
- la formation de demi-boucles de dislocations de composante a par interaction des dislocations traversantes déjà présentes. Ce système de relaxation est une des principales origines de la diminution de la densité de dislocations traversantes à chaque interface GaN/AlN. Son influence sur la relaxation dépend des différentes interactions susceptibles de se produire entre les dislocations traversantes. Plus la densité de dislocations traversantes diminue, moins ce système de relaxation est efficace car la densité de dislocations détermine la probabilité d'interaction de deux dislocations et donc la densité de demi-boucles ainsi que la longueur du segment formé. La contribution des demi-boucles de dislocations semble relativement faible puisqu'elles ne relaxeraient que 0,1 à

0,2% des 2,4% de désaccord paramétrique entre l'AlN et le GaN d'après le modèle établi par S. Joblot.

- la courbure des dislocations traversantes de composante a par rapport à la direction de croissance [0001]. Ce système de relaxation dépend de la densité de dislocations traversantes, et des conditions de croissance susceptibles d'influer sur leur « montée effective » et donc sur leur angle d'inclinaison. L'angle d'inclinaison varie tout au long de l'épaississement du GaN et passe de 30-40° à l'interface AlN/GaN à 0° pour une épaisseur dépendant directement de la densité de dislocations traversantes initiale. La déformation relaxée plastiquement par l'inclinaison des dislocations traversantes reste à nouveau relativement faible.

Le modèle trouve donc ses limites dans l'incertitude sur la densité de demi-boucles de dislocations traversantes et la longueur moyenne des boucles formées, la densité de dislocations de composante a (traversantes et d'interface) proche de l'interface GaN/AlN, et leur angle d'inclinaison. En effet, au vu du nombre important de dislocations dans les premiers stades de la croissance de la couche tampon de GaN, ces informations ne sont pas évidente à obtenir à partir des images MET. De plus, d'autres défauts comme par exemple les fissures enterrées (voir **paragraphe III22c**) pourraient intervenir pour relaxer une partie de la contrainte élastique induite dans l'empilement inférieur.

c. Dislocations traversantes et relaxation de la contrainte

La **Figure III-6** représente la densité de dislocations traversantes mesurée par MFA et MET en fonction de la courbure finale (300K) pour le même ensemble de structures HEMTs présentées à la **Figure III-1**.

La densité de dislocations traversantes (ρ_{TD}) a été mesurée par MFA en mode « tapping » et MET en mode « plan view » (voir l'**Annexe A13**). La similitude des densités de défauts confirme que les dépressions de surface observées par MFA sont associées aux dislocations traversantes. La mesure MET est plus fiable pour la détermination de la densité de dislocations [29]. En effet, les dislocations traversantes pures coins (type a) induisent une plus faible dépressions en surface [30] et sont donc beaucoup plus difficiles à détecter par MFA que les mixtes (type $a+c$) ou les pures vis (type c). Par conséquent, la mesure MFA peut sous-estimer la densité de dislocations traversantes. Cependant, en utilisant une pointe MFA neuve ou quasi-neuve et en optimisant le traitement des images topographiques (lissage et contraste), nous pouvons considérer que nous discernons la quasi totalité des dislocations traversantes. En effet, le rapport entre les densités de dislocations traversantes mesurées par MFA et celles mesurées par MET est proche de 1 ($0,8 < (\rho_{TD}^{MFA} / \rho_{TD}^{MET}) < 1,2$). La

préparation des échantillons pour le MET est relativement lourde, et nous avons donc privilégié le MFA pour déterminer la densité de dislocations traversantes.

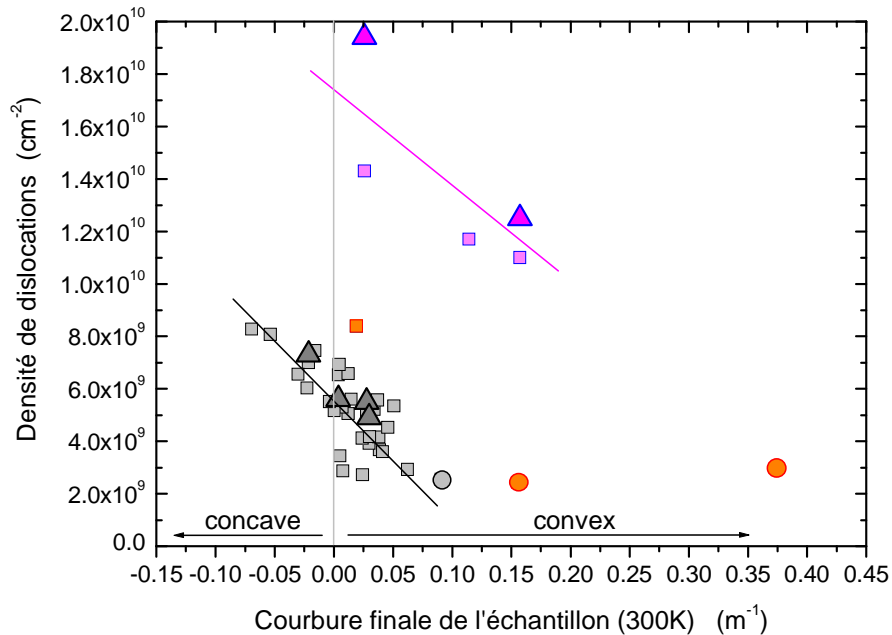


Figure III-6 : densité de dislocations traversantes mesurée par MFA (carrés et cercles) et MET (triangles) en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante (300K). Les droites en trait plein sont des guides pour les yeux

Formes

- Carré : HEMTs sur Si(111) désoxydé thermiquement dans le bâti d'épitaxie (*in situ*)
- Rond : HEMTs sur Si(111) désoxydé chimiquement (*ex situ*)
- et ○ Mesures faites par MFA
- △ Mesures faites par MET

Couleurs

- Gris : croissance ammoniac (NH₃)
- Magenta : croissance plasma N₂ pour une partie de la couche tampon GaN
- Orange : modification du dessin des couches enterrées (nucléation AlN et intercalaire AlN/GaN)

Comme le montre la **Figure III-7** initiée par Sylvain Joblot [27], il existe une corrélation entre le twist moyen des grains cristallographiques mesuré par diffraction des rayons X (DRX) et la densité de dislocations traversantes de type *a* (voir **Annexe A12**). La corrélation entre la densité de dislocations traversantes et la courbure finale de l'échantillon peut donc s'observer également au travers de ce twist moyen des grains cristallographiques (**Figure III-8**). L'amélioration de la qualité du matériau, et donc la diminution de la densité de dislocations, résulte dans l'augmentation de la taille moyenne des grains cristallographiques et la diminution du twist moyen.

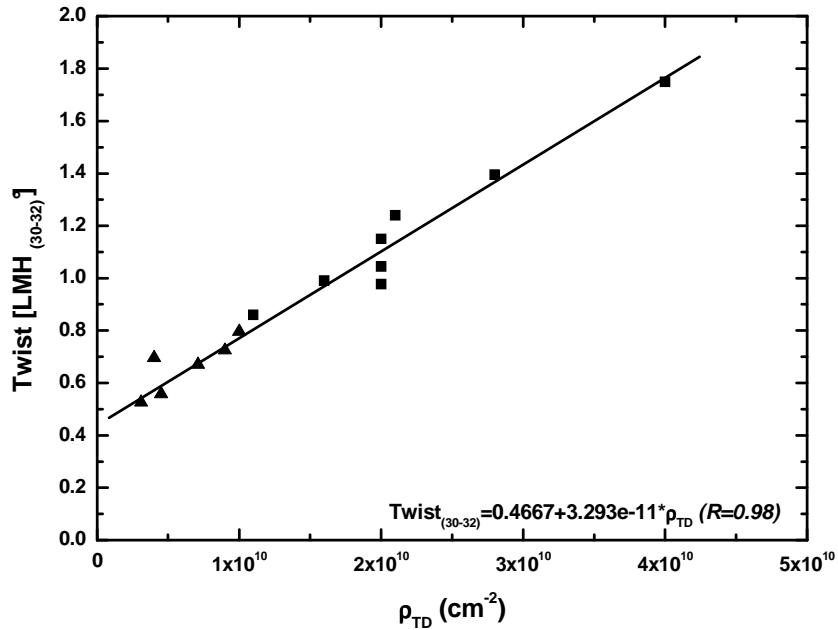


Figure III-7 : évolution du twist moyen déduit de la largeur à mi-hauteur (LMH) de la *rocking curve* de la raie asymétrique (30-32) du GaN mesurée par DRX, en fonction de la densité de dislocations traversantes de type *a* ; d'après S. Joblot [27]

▲ Triangles noirs : GaN épitaxié sur Si(111)

■ Carrés noirs : GaN épitaxié sur Si(001) 5-6° off

Remarquons sur la **Figure III-7** une ordonnée à l'origine non nulle ($\sim 0,47^\circ$). Cette observation troublante peut être expliquée. D'une part, le faisceau X diffracte dans la structure jusqu'au substrat et par conséquent la *LMH* de la raie asymétrique (30-32) du GaN intègre la réponse de l'ensemble des couches épitaxiées. D'autre part, la densité de dislocations traversantes de type *a* et donc le twist moyen diminuent par le jeu des empilement successifs et de l'épaissement des couches. Notons que l'ordonnée à l'origine dépend certainement de l'épaisseur totale de la structure.

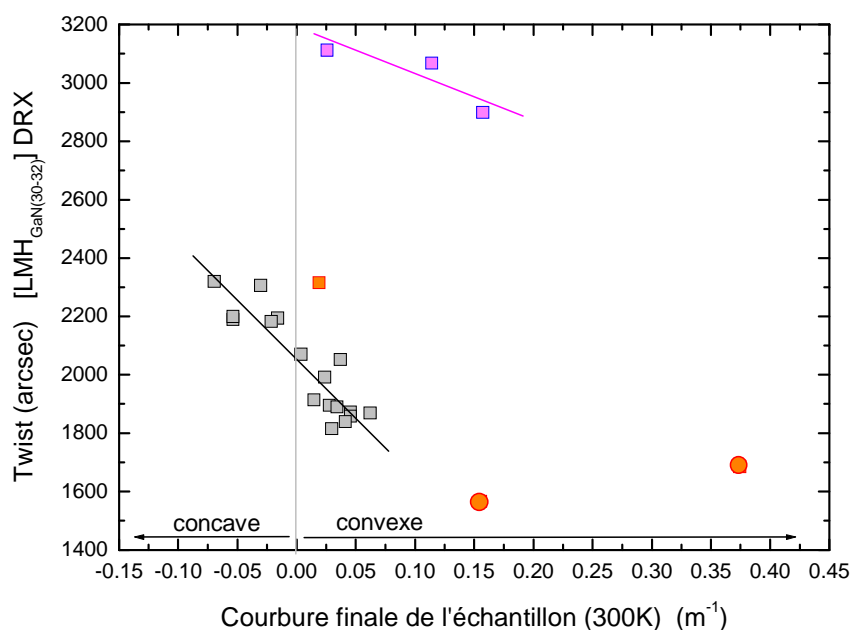


Figure III-8 : largeur à mi-hauteur de la rocking curve de la raie asymétrique (30-32) du GaN mesurée par diffraction des rayons X en fonction de la courbure finale de l'échantillon (300K). Les droites en trait plein sont des guides pour les yeux

Formes

- Carré : HEMTs sur Si(111) désoxydé thermiquement dans le bâti d'épitaxie (*in situ*)
- Rond : HEMTs sur Si(111) désoxydé chimiquement (*ex situ*)

Couleurs

- Gris : croissance ammoniac
- Magenta : croissance plasma N₂ pour une partie de la couche tampon GaN
- Orange : modification du dessin des couches enterrées (nucléation AlN et intercalaire AlN/GaN)

Les **Figures III-6 et III-8** mettent en évidence le rôle majeur joué par la densité de dislocations traversantes sur la relaxation des contraintes. Compte tenu des observations faites aux **Figures III-3 et III-4**, nous pouvons proposer les mécanismes suivants : une densité plus importante de dislocations entraînera une relaxation plus rapide de la contrainte compressive dans la couche tampon GaN. Ceci induira une diminution plus rapide de l'angle d'inclinaison et donc un filtrage des dislocations par formation de demi-boucles moins efficace. L'évolution de l'angle moyen d'inclinaison dépendra directement de la densité de dislocations, puisque plus il y aura de dislocations traversantes, plus la contrainte relaxée pour un angle donné sera importante. Pour une contrainte compressive donnée, plus la densité de dislocations susceptibles de se courber augmentera, plus l'épaisseur nécessaire à la relaxation totale sera faible, et donc plus la structure HEMT sera susceptible de se fissurer au refroidissement.

De nombreuses études ont déjà montré l'influence de l'insertion de couches intercalaires dans la structure sur la densité de dislocations traversantes et sur l'état de contrainte. E. Feltin *et al* [31] a

montré que la multiplication du nombre de super réseaux AlN/GaN lors de croissances EPVOM de GaN sur Si(111) permettait de réduire la densité de dislocations traversantes tandis que la contrainte résiduelle compressive de la structure augmentait. Toujours en EPVOM, mais sur substrat saphir, H. Amano *et al* [32] ont montré l'intérêt d'une couche d'AlN intercalaire pour réduire la densité de dislocations traversantes, tandis que A. Dadgar *et al* [33] ont utilisé cette même fine couche d'AlN pour obtenir des couches épaisses non fissurées de GaN sur substrat Si(111). Enfin, cet effet a été observé par Sylvain Joblot [27] en EJM dans le cas de structures semblables fortement disloquées ($\rho_{TD} \sim 1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$) car épitaxiées sur substrat Si(001), dans lesquelles les dislocations traversantes initialement inclinées dans la couche tampon GaN se redressaient plus rapidement que sur substrat Si(111). C'est la multiplication des alternances AlN_{250nm}/GaN_{250nm} qui, en réduisant la densité de dislocations traversantes, lui a permis d'obtenir des couches finales de GaN non fissurées. Trois alternances AlN_{250nm}/GaN_{250nm} sont nécessaires sur Si(001) pour obtenir une couche tampon GaN de 0,8µm d'épaisseur de qualité comparable à celle obtenue sur substrat Si(111) avec une seule alternance.

En conclusion, la cinétique de relaxation de la contrainte compressive dans la couche tampon GaN dépendra de la densité de dislocations traversantes de composante *a* provenant des couches inférieures et susceptibles de se courber. Nous verrons cependant que certaines conditions de croissance, comme par exemple la température de croissance du GaN (**paragraphe III21a**), peuvent influencer la montée de la dislocation et donc accélérer ou ralentir le processus de relaxation de la contrainte compressive.

d. Type de dislocation et activité électrique

Ratios vis/coins/mixtes

Les dislocations de type *a* (pures coins) sont connues pour être majoritaires dans le GaN(0001) épitaxié sur substrat saphir ou silicium (croissance colonnaire des nitrures). Cependant, le rapport entre la densité de dislocations traversantes de type *a* et celle à composante vis (type *c* et *a+c*) n'est pas évident à obtenir.

Le MET utilisé en mode « vue plane » permet difficilement de discerner le type de dislocation (*a*, *c* ou *a+c*) contrairement au mode « section transverse ». En revanche, ce dernier ne permet pas d'avoir une statistique satisfaisante et donne des résultats très dispersés. Sur nos échantillons, les dislocations coins (type *a*) représenteraient plus de 90% de la totalité des dislocations traversantes observées au MET en section transverse, tandis que les dislocations mixtes (type *a+c*) en représenteraient entre 1% et 10% et les dislocations vis (type *c*) entre 0,1% et 1%.

Le MFA est couramment utilisé pour discerner le type de dislocations. D'une part les dislocations traversantes à composante vis (type *c* et *a+c*) induisent une plus forte dépression en surface que les pures coins (type *a*), et d'autre part elles ne semblent pas avoir la même activité électrique (voir

paragraphe suivant). Pour une couche de GaN épitaxiée par EPVOM sur substrat saphir, P. J. Hansen *et al* [34] ont estimé que les dislocations pures coins (type a) représentaient environ 60 % de la totalité des dislocations traversantes observées en surface, tandis que E.J. Tarsa *et al* [35] ont estimé que les dislocations pures vis (type c) en représentaient environ 10%, et R. A. Oliver *et al* [36] ont estimé que la proportion des dislocations à composante vis (type c et $a+c$) était de 30-40%. Pour une couche GaN épitaxiée par EJM-N₂ sur tremplin GaN, J.W.P. Hsu *et al* [37] ont obtenu un rapport de 1/3 pour chaque type de dislocations traversantes (a , c et $a+c$). A la différence des résultats obtenus avec le MET, les dislocations coins (type a) mesurées par MFA sur nos échantillons représenteraient environ 70-75% de la totalité des dislocations traversantes comptabilisées. Notons qu'il n'est pas toujours évident de distinguer les dislocations coins des dislocations mixtes, et nous n'avons pu à ce jour évaluer l'évolution du ratio mixtes/coins en fonction des conditions de croissance.

Le microscope à effet tunnel (STM) possède une meilleure résolution que le MFA pour imager les dislocations émergentes en surface d'une couche GaN. Pour une couche GaN épitaxiée par EJM-NH₃ sur substrat Si(111), S. Vézian *et al* [38] ont mesuré par STM un ratio $c+(a+c)/a$ d'environ 17 %.

Activité électrique des dislocations traversantes

En théorie, les propriétés électriques des dislocations sont reliées à leur structure atomique et essentiellement dominées par la nature des liaisons atomiques présentes en leur cœur. Notons cependant que L Lymprakis *et al* [39] ont montré que le champ de contrainte autour d'une dislocation coins pouvait notablement affecter sa structure énergétique et électronique, et ce indépendamment de sa configuration atomique de cœur. Dans le GaN wurtzite, différentes possibilités de structures atomiques de cœurs ont été reportées pour les dislocations coins et vis [40-44]. Ces multiples configurations structurales du cœur de la dislocation sont théoriquement dépendantes des conditions de croissance. En théorie, selon J. Elsner et al [44] les dislocations coins sont électriquement neutres, et ce malgré l'introduction de niveaux d'énergies dans le gap [42, 43, 45]. Ceci serait attribué à la dimérisation des liaisons le long de la ligne de dislocation [44]. En ce qui concerne les dislocations vis, les prédictions théoriques semblent s'accorder sur le fait que ces défauts génèrent des états d'énergies dans le gap [41, 44, 45] dont le niveau dépend de la structure atomique du cœur de la dislocation [46, 47] : les états d'énergies proches de la bande de valence (états donneurs) sont localisés sur les cœurs de dislocations à caractère azote N, tandis que ceux proches de la bande de conduction (états accepteurs) sont localisés sur les cœurs à caractère mixte Ga et N. Par conséquent, les dislocations vis sont en théorie électriquement actives et pourraient donc être responsable des courants de fuite observés sur les composants à base de GaN.

En pratique, l'état de charge des dislocations traversantes est sujet à discussion et les résultats présentés dans la littérature sont assez controversés. En effet, certains auteurs utilisant un MFA-*Capacitance Probe* ou MFA-*Kelvin Probe* concluent à un état de charge négatif [34, 48], tandis que d'autres utilisant un MFA-*Current-Voltage Probe* concluent à un état de charge neutre [49]. Les

dislocations à composante vis (type c et $a+c$) semblent être les plus électriquement actives (MFA-Current-Voltage Probe) [50-52] et semblent par conséquent contribuer plus significativement au courant de fuite de grille que les dislocations de type a [37]. L'état de charge des dislocations traversantes est attribué à un effet de décoration de leur cœur par des impuretés. A. Krtschil *et al* [53] ont montré que l'état de charge d'une dislocation traversante dépend du niveau de dopage du matériau environnant. Ce comportement s'explique par le changement de la décoration de la dislocation par les impuretés en fonction de son état de charge initial.

III12. Impact sur les propriétés électriques

Les dislocations traversantes sont connues pour affecter les propriétés de transport du gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG) (**Chapitre II paragraphe II21c**), ainsi que les courants de fuite des couches tampon [2-4] et de la grille Schottky [5]. La corrélation établie précédemment entre la densité de dislocations traversantes et la contrainte résiduelle dans le tampon GaN qui se traduit par la courbure de l'échantillon, nous permet d'étudier la sensibilité d'une propriété électrique à la qualité cristalline en la représentant en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante.

a. Gaz d'électrons bidimensionnel (2DEG)

Le **Chapitre II** nous a montré que les performances d'un transistor HEMT dépendent des propriétés intrinsèques du 2DEG. La densité de courant que pourra délivrer le composant dépendra directement du produit de la mobilité μ des électrons par leur densité N_s . La résistance de feuille (ou carrée) R_{sh} définie par l'**Equation III-1**, est donc un critère important d'évaluation des performances potentielles du futur transistor HEMT. Elle doit être la plus faible possible.

$$R_{sh} = \frac{1}{q \cdot N_s \cdot \mu} \quad \text{Equation III-1}$$

avec q la charge élémentaire de l'électron, N_s la densité surfacique d'électrons et μ la mobilité électronique. Plus de précisions sur la mesure de la résistance de feuille sont reportées en **Annexe A32**.

La **Figure III-9** ci-dessous montre que la résistance de feuille R_{sh} respecte la tendance attendue en diminuant à mesure que la courbure rend compte d'une déformation moyenne compressive dans la structure, et donc qu'elle rend compte d'une diminution de la densité de dislocations traversantes.

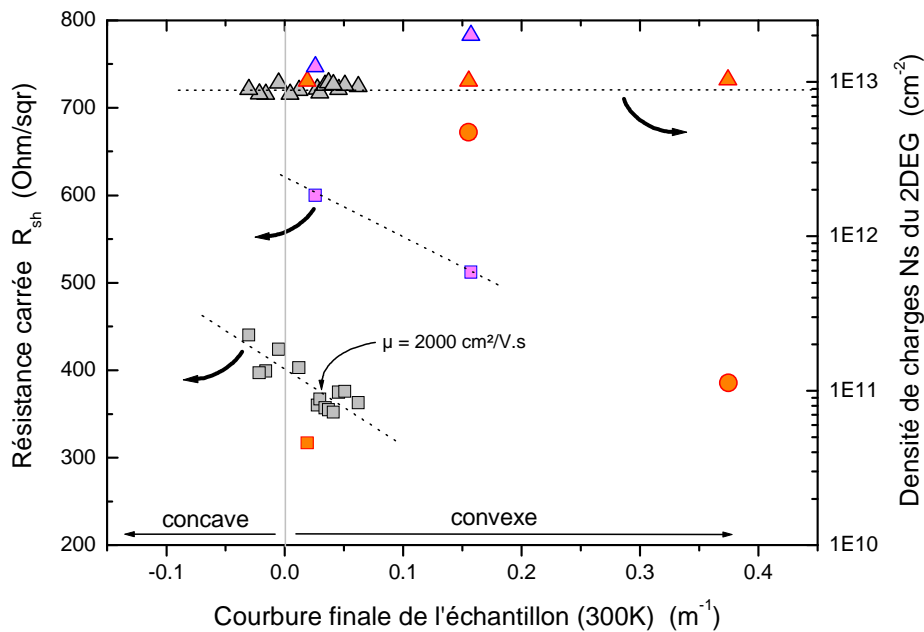


Figure III-9 : résistance de feuille R_{sh} et densité surfacique de charges N_s du 2DEG (triangles) mesurées par effet Hall (300K) en fonction de la courbure finale de l'échantillon (300K). Les droites en traits pointillés sont de guides pour les yeux

Formes

- Carré : HEMTs sur Si(111) désoxydé thermiquement dans le bâti d'épitaxie (*in situ*)
- Rond : HEMTs sur Si(111) désoxydé chimiquement (*ex situ*)
- △ Triangle : densité surfacique de charge N_s du 2DEG

Couleurs

- Gris : croissance ammoniac
- Magenta : croissance plasma N_2 pour une partie de la couche tampon GaN
- Orange : modification du dessin des couches enterrées (nucléation AlN et intercalaire AlN/GaN)

La densité de charges N_s déduite de la mesure capacitive $C(V)$ ou de l'effet Hall est moins sensible à la qualité des couches épitaxiées, excepté pour les structures d'une qualité très médiocre. Notons que dans le cas des structures HEMTs pour lesquelles une partie de la couche tampon GaN a été élaborée avec une source plasma azote (carrés magentas **Figure III-9**), la variation de la résistance de feuille R_{sh} semble liée en partie à une variation de la densité surfacique de charges mesurée par effet Hall (voir **paragraphe III21a** « croissance $EJM-NH_3/EJM-N_2$ »).

Les résistances de feuille les plus faibles sont obtenues pour les structures HEMTs qui sont le moins sujettes à la fissuration (courbure convexe). Une mobilité de $2000 \text{ cm}^2/\text{V.s}$ a été obtenue à température ambiante pour un échantillon présentant une densité de dislocations traversantes d'environ $5 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$, ce qui fait partie des meilleurs résultats rapportés pour des structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN épitaxiées sur Si(111).

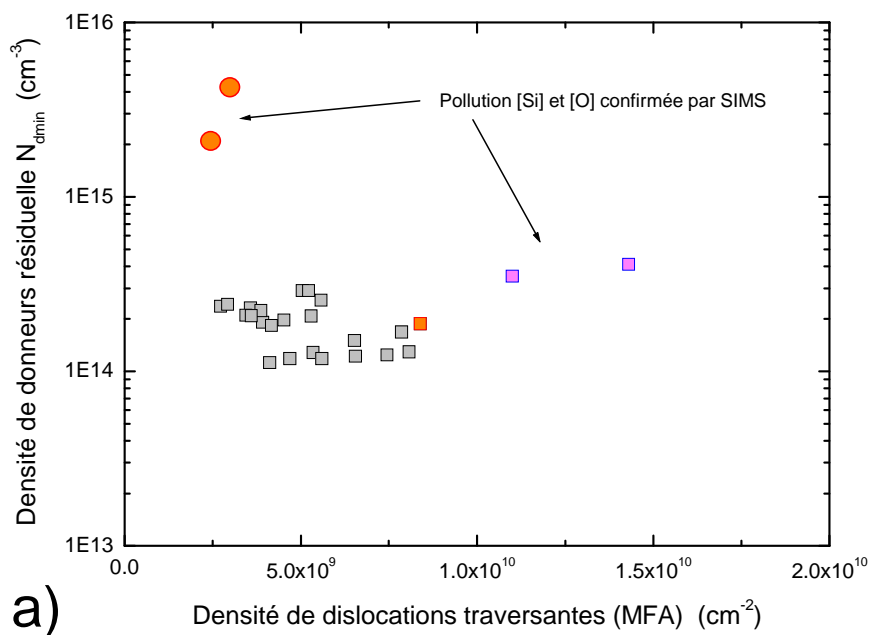
Notons enfin que ces résultats électriques confirment les tendances précédemment observées en comparant l'effet des dislocations sur la mobilité électronique de structures HEMTs épitaxiés sur Si(111), SiC et Saphir [54].

b. Couche tampon

Comme évoqué au **Chapitre II paragraphe II32b**, la qualité électrique de la couche tampon GaN est fonction de trois paramètres :

- Les impuretés incorporées issues de la contamination de la surface du substrat, du résiduel de la chambre de croissance et des précurseurs de la croissance.
- Les lacunes qui dépendent des conditions de croissance.
- Les défauts tels que les dislocations qui pour certaines peuvent piéger les charges.

Ci-dessous est représentée la densité de porteurs résiduelle N_{dmin} mesurée par la sonde de capacité à bille de mercure (C(V)-bille-de-mercure) (**Figure III-10a**) et la résistance des couches tampon R_{tampon} (**Figure III-10b**) en fonction de la densité de dislocations traversantes mesurée par MFA. La résistance des couches tampon est mesurée entre deux contacts ohmiques séparés par une mesa de 150 nm de profondeur réalisée par gravure sèche RIE (Reactive Ion Etching) (voir **Annexe A33**). La qualité de la surface de GaN après gravure RIE peut s'avérer être de mauvaise qualité et engendrer par conséquent des courants de fuite de surface. Des motifs d'isolation réalisés par implantation semblent dans ce cas moins problématique ([55] IEMN, groupe des *Composants et Dispositifs microondes de puissance*).



a)

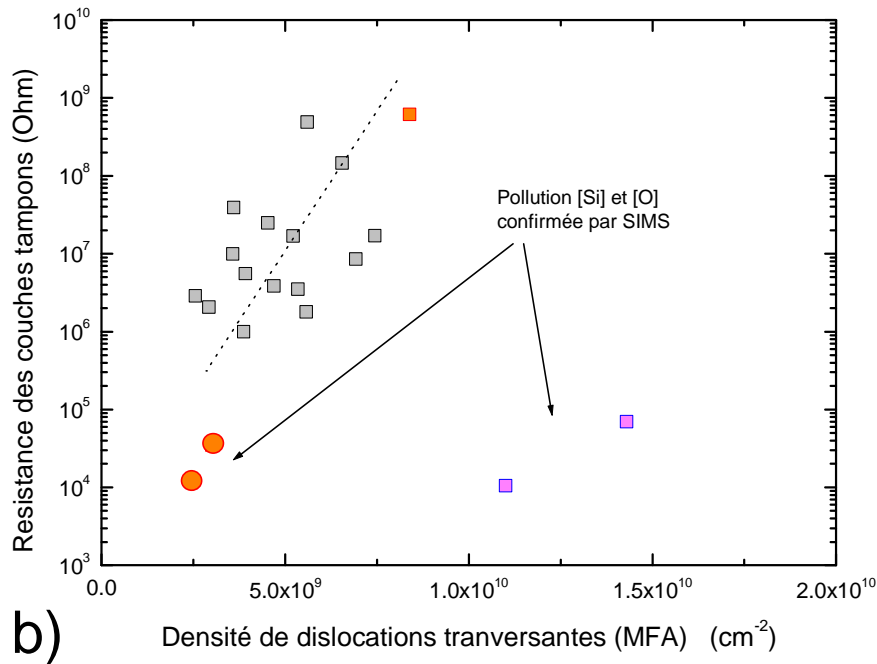


Figure III-10 : densité de porteurs résiduelle N_{dmin} déduite de la mesure capacitive C(V)-bille-de-mercure (a) et résistance des couches tampon R_{tampon} (b) en fonction de la densité de dislocations transversantes mesurée par MFA. Les droites en traits pointillés sont des guides pour les yeux

Formes

- Carré : HEMTs sur Si(111) désoxydés thermiquement dans le bâti d'épitaxie (*in situ*)
- Rond : HEMTs sur Si(111) désoxydés chimiquement (*ex situ*)

Couleurs

- Gris : croissance ammoniac
- Magenta : croissance plasma N_2 pour une partie de la couche tampon GaN
- Orange : modification du dessin des couches enterrées (nucléation AlN et intercalaire AlN/GaN)

Notons que la dispersion des densités de porteurs résiduelles est en partie due à la délicate dérivation de la mesure pour des valeurs de capacité de quelques picofarads. Rajoutons que la concentration d'impuretés donneuses ou accepteuses dans les couches tampons pourrait dépendre d'autres paramètres de croissance, indépendamment de la densité de dislocations transversantes. La **Figure III-10a** illustre la limitation de l'effet des dislocations sur la compensation du dopage résiduel quand la couche tampon GaN est polluée, comme c'est le cas pour certains échantillons (ronds oranges et carrés magentas) dont la pollution a été confirmée par SIMS. Nous y reviendrons en détail dans les **paragraphes III21b** et **III24**.

Comme nous pouvons le voir sur la **Figure III-10b**, la résistance des couches tampon R_{tampon} semble augmenter avec la densité de dislocations transversantes mesurée par MFA. La dispersion des mesures peut s'expliquer par le fait que le type de dislocations émergentes en surface (activité

électrique, voir **paragraphe III11d**) et leur distribution en volume dans la couche tampon GaN peuvent avoir une influence sur la résistance R_{tampon} mesurée. L'augmentation de la densité de dislocations traversantes peut dans certains cas entraîner une augmentation du courant de fuite de grille (voir **paragraphe III11d**) et donc une augmentation du courant de fuite de la couche tampon mesurée sur transistor pincé. Plus de précisions sur la mesure des courants de fuite (grille, tampon) sont donnés à l'**Annexe A35**.

III13. Conclusion

Nous avons étudié l'effet des conditions de croissance sur les propriétés structurales et électriques de structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN épitaxiées sur substrat Si(111). Nous avons observé que les propriétés structurales et électriques étaient corrélées avec la courbure de l'échantillon, en particulier la densité de dislocations traversantes. Comparé aux couches enterrées qui relaxent rapidement la contrainte d'épitaxie due au désaccord paramétrique, la couche tampon GaN présente une vitesse de relaxation de la contrainte compressive beaucoup plus lente. Cette vitesse de relaxation est intimement liée à la densité de dislocations traversantes de composante coin (type a et $a+c$) capable de relaxer la contrainte compressive par inclinaison et formation de demi-boucles de dislocations. L'épaississement de la couche tampon GaN va donc imposer une courbure convexe plus ou moins importante à l'ensemble de la structure, tandis qu'un filtrage des dislocations plus ou moins efficace va s'opérer.

Il existe un gradient de déformation dans la couche tampon GaN, et pour compenser efficacement la contrainte extensive subie par les couches épitaxiées au cours du refroidissement et éviter ainsi leur fissuration, la région non relaxée du tampon GaN doit correspondre à la plus grande partie de son épaisseur. La réduction de la densité de dislocations traversantes avant le tampon GaN et/ou le contrôle de leur inclinaison au cours de son épaississement sont des possibilités pour maîtriser la vitesse de relaxation de la couche tampon GaN.

Les meilleurs résultats en terme de qualité structurale et électrique sont obtenus pour les structures qui sont les moins sujettes à la fissuration. Néanmoins, les dislocations étant responsables du caractère isolant de la couche tampon GaN, les structures de bonne qualité structurale présentent des propriétés d'isolation de la couche tampon GaN moins intéressantes. Néanmoins, cet effet d'isolation par les dislocations semble diminuer à mesure que la température augmente. Il a été montré qu'une compensation des donneurs par des accepteurs profonds tels que le carbone est compatible avec la réalisation de structures HEMTs par épitaxie par jets moléculaires utilisant l'ammoniac comme précurseur d'azote [56], ce qui ouvre des perspectives intéressantes. Ce point sera discuté au **Chapitre IV**.

III2. Les paramètres clés de la croissance

Dans cette seconde partie, nous allons détailler les étapes clés de la croissance en discutant de l'influence des principaux paramètres critiques identifiés sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT (Al,Ga)N/GaN épitaxiée sur Si(111).

III21. La couche tampon GaN

a. La température de croissance

La **Figure III-11** représente l'énergie E_A de l'exciton libre A du GaN mesurée par PL à 10K et la déformation biaxiale ε_{xx} déduite (300K) (**Equation I-18 Chapitre I**) en fonction de la courbure de l'échantillon mesurée à 300K.

Le tampon GaN est habituellement élaboré à une température T_{pGaN} d'environ 800°C avec une vitesse de croissance de 0,6 $\mu\text{m/h}$ et un flux d'ammoniac de 200 sccm ($P \sim 1 \times 10^{-5}$ Torr, excès d'azote). Une élévation de 20°C de la température de croissance de la couche tampon GaN par rapport à la température « standard » de 800°C conduit à une structure HEMT fissurée de courbure concave et présentant une densité de dislocations traversantes plus importante (**Figure III-11** échantillon H₈₂₀). Notons que la fissuration des couches fait remonter légèrement l'énergie E_A et donc réduit la déformation extensive déduite. Au-delà de 800°C, la température de croissance du tampon GaN joue donc un rôle majeur dans la vitesse de relaxation de la couche et dans sa qualité structurale. En revanche, une diminution de 20°C montre une influence moindre (échantillon H₇₈₀).

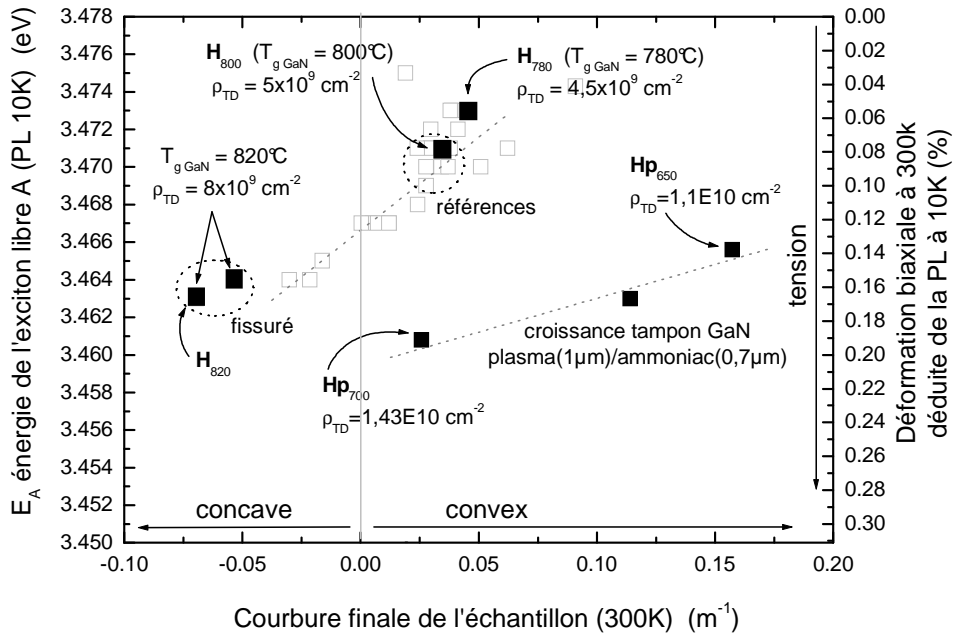


Figure III-11 : énergie de l'exciton libre A du GaN (E_A) mesurée par photoluminescence à basse température (PL 10K) et la déformation biaxiale (ε_{xx}) déduite à température ambiante (300K) selon l'équation I-18 (Chapitre I), en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante (300K). Les droites en traits pointillés sont des guides pour les yeux

Selon l'équation de Stoney [13] ($\sigma_f h_f = M_s h_s^2 \kappa / 6$) donnée au Chapitre I (**Equation I-17**), le produit de la contrainte moyenne ($\langle \sigma_f \rangle$) par l'épaisseur du film déposé (h_f) est une fonction linéaire de la courbure (κ) de l'échantillon. La **Figure III-12** représente l'évolution du produit $\langle \sigma_f \rangle \cdot h_f$ mesuré au cours de la croissance du tampon GaN pour deux échantillons H_{800} et H_{820} épitaxiés respectivement à une température de croissance de 800°C et 820°C.

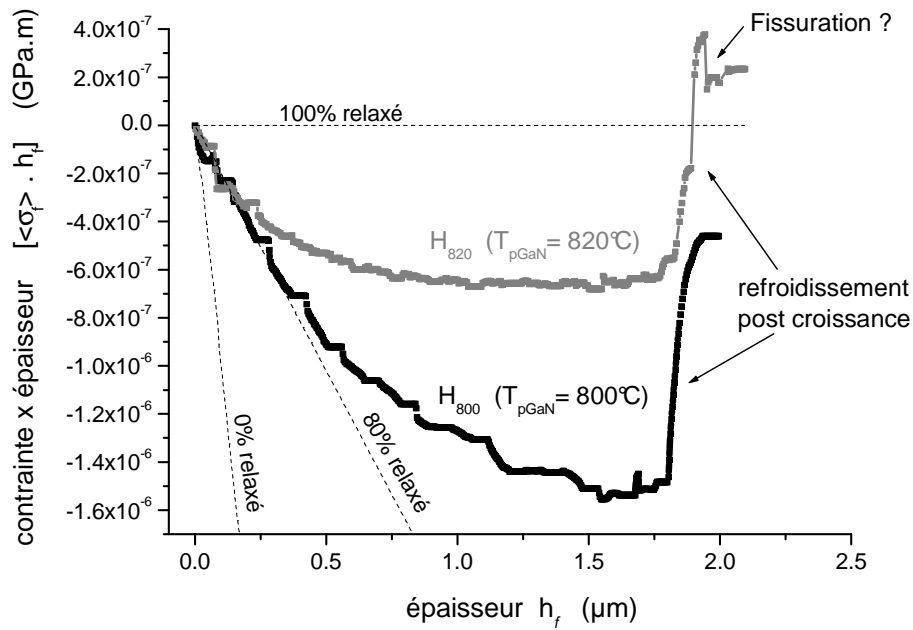


Figure III-12 : produit $\langle \sigma_f \rangle \cdot h_f$ de la contrainte moyenne $\langle \sigma_f \rangle$ par l'épaisseur du film déposé h_f déduit de la mesure de courbure *in situ*, en fonction de l'épaisseur du tampon GaN épitaxié à deux températures de croissance différentes : $T_{pGaN} = 800^\circ\text{C}$ (HEMT H₈₀₀) et $T_{pGaN} = 820^\circ\text{C}$ (HEMT H₈₂₀)

Un film GaN épitaxié avec une contrainte compressive constante induirait une augmentation linéaire de la courbure convexe de l'échantillon avec l'épaisseur déposée. A partir de l'équation de Stoney [13] (**Equation I-17**), nous pouvons donc en déduire que le GaN épitaxié à la température « standard » de 800°C sur l'AlN intercalaire, présente un taux de relaxation de la contrainte compressive d'environ 80% pour les premiers 300 nm (zone linéaire). L'évolution de la courbe traduit ensuite une relaxation graduelle de la contrainte compressive subie par le GaN. Pour les épaisseurs inférieures à 200 nm, l'évolution rapide de la courbure et le manque de points de mesure ne nous permet pas de différencier clairement le comportement des deux échantillons H₈₀₀ et H₈₂₀. En revanche, au-delà de cette épaisseur, la distinction est nettement visible : la couche tampon GaN élaborée à plus haute température (820°C) voit sa courbe $\langle \sigma_f \rangle \cdot h_f$ saturer plus rapidement à une valeur plus faible, ce qui traduit une vitesse de relaxation de la contrainte compressive plus importante. La fissuration de la structure H₈₂₀ au cours du refroidissement provient donc de cette relaxation rapide de la couche tampon GaN.

La contrainte moyenne $\langle \sigma_f \rangle$ dans le film épitaxié peut être calculée à partir de la **Figure III-12**, en divisant le produit $\langle \sigma_f \rangle \cdot h_f$ par l'épaisseur h_f après lissage de la courbe. Son évolution (**Figure III-13**) atteste de la présence d'une relaxation graduelle de la contrainte compressive à mesure que la couche tampon de GaN s'épaissit. Il est clair qu'à la fin de la croissance, la contrainte compressive résiduelle moyenne est plus faible pour l'échantillon H₈₂₀ ($\langle \sigma_f \rangle_{res} = -0,36$ GPa), comparée à celle de l'échantillon de référence H₈₀₀ ($\langle \sigma_f \rangle_{res} = -0,90$ GPa). La déformation compressive résiduelle de H₈₂₀ ($\langle \varepsilon_f \rangle_{res} = -0,078\%$) ne peut donc pas compenser la contrainte extensive subie lors du refroidissement, ce qui, à température ambiante, résulte en une structure HEMT fissurée et de courbure concave (**Figure III-11**).

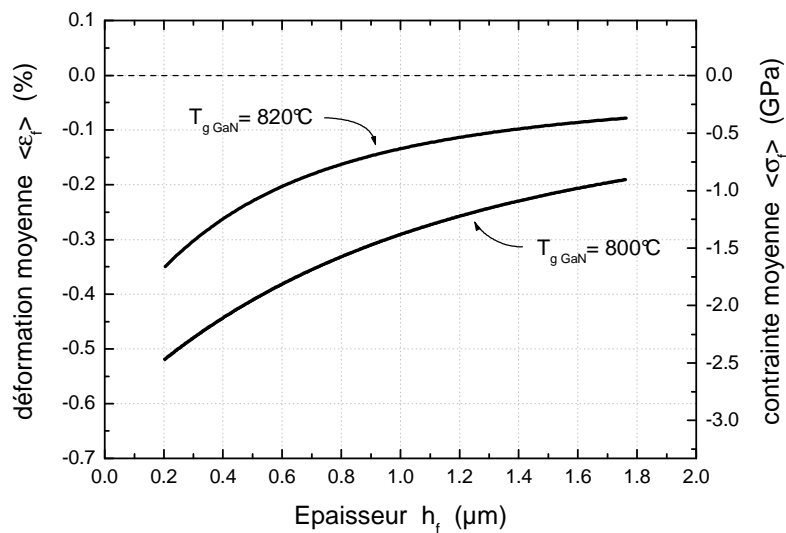


Figure III-13 : évolution de la contrainte moyenne $\langle \sigma_f \rangle$ et de la déformation biaxiale moyenne correspondante $\langle \varepsilon_f \rangle$, calculées à partir de la courbe $\langle \sigma_f \rangle \cdot h_f$ de la Figure III-12 via l'équation de Stoney (Equation I-18 Chapitre I)

Comparée à la structure HEMT de référence H₈₀₀ ($\rho_{TD} = 5 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$), une densité de dislocations traversantes plus importante a été mesurée par MFA et DRX sur les échantillons dont la couche tampon de GaN a été épitaxiée 20°C plus chaud ($\rho_{TD} = 8 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$). Ceci peut nous paraître contre intuitif d'avoir une couche GaN plus relaxée avec une densité de dislocations traversantes plus importantes. Une température de croissance plus élevée semble accélérer le processus de relaxation dans les premiers stades de la croissance du tampon GaN, ce qui conduit à une portion compressive plus fine et par conséquent à un filtrage des dislocations moins efficace dans le reste de la couche. En effet, comme nous l'avons évoqué au **paragraphe III11c**, si le taux de relaxation dans les premiers stades de la croissance de la couche tampon GaN est important, la contrainte compressive restante

n'est plus assez importante pour incliner notablement le reste des dislocations traversantes et produire leur annihilation.

Comme on peut le voir sur le cliché MET de la **Figure III-14**, dans le cas d'un tampon GaN épitaxié à plus haute température (**Figure III-14b**), la zone de transition dans laquelle l'élimination des dislocations traversantes est favorisée se trouve réduite, comparé à la structure HEMT de référence H₈₀₀ (**Figure III-14a**).

Les couches enterrées (AlN_{250nm}/GaN_{250nm}/AlN_{40nm}) des 2 échantillons H₈₀₀ et H₈₂₀ ont été épitaxiées avec les mêmes conditions de croissance. Nous faisons donc l'hypothèse d'une même densité de dislocations traversantes à la fin de la croissance de l'AlN intercalaire pour ces 2 échantillons. La reproductibilité des comportements pour des échantillons avec une couche tampon GaN épitaxiée à 800°C et 820°C confirme cette hypothèse. La relaxation plus rapide observée ne peut donc pas être induite par une densité de dislocations traversantes plus importante venant des couches inférieures.

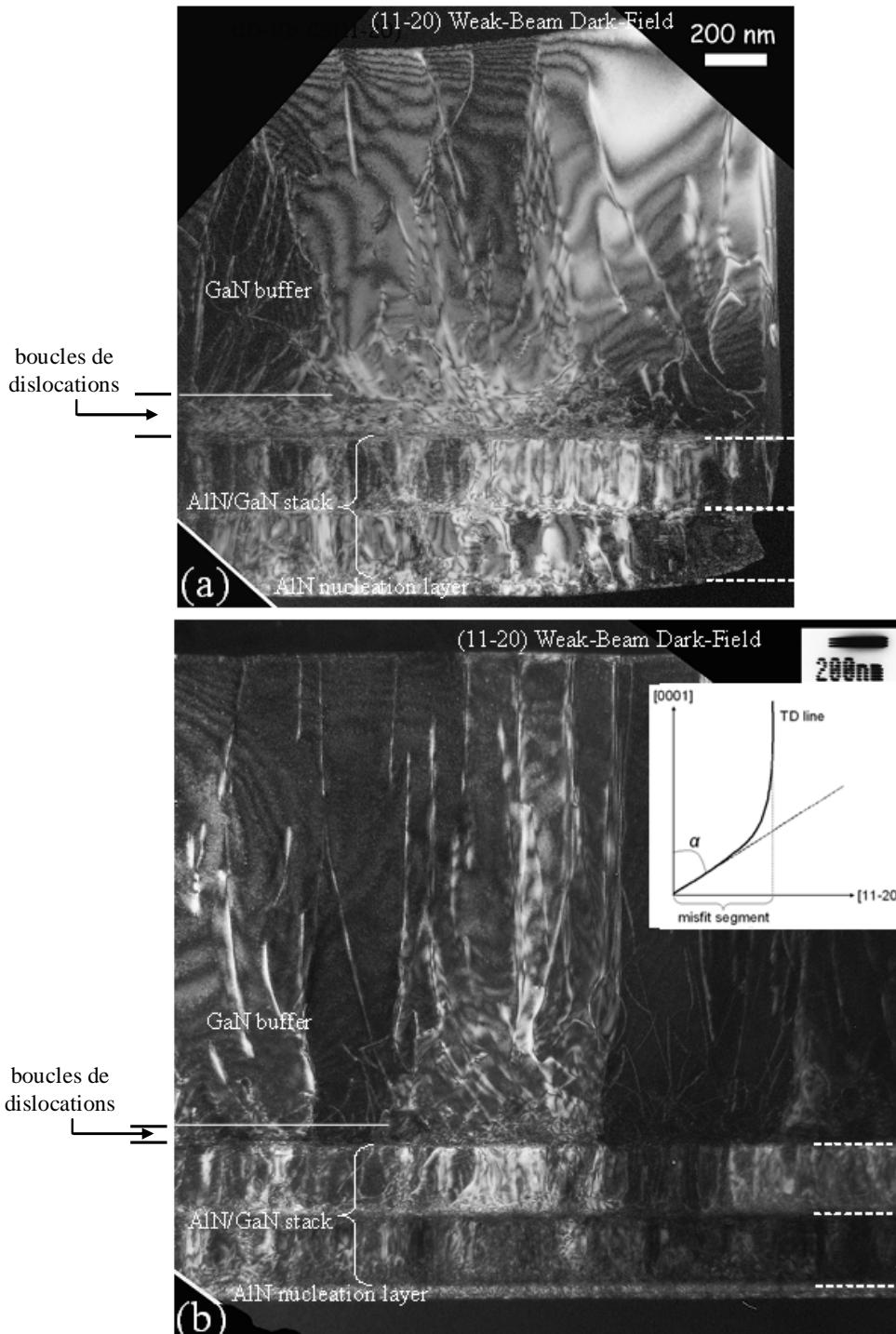


Figure III-14 : microscopie électronique en transmission (MET) d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN épitaxiée sur substrat Si(111) dont la couche tampon GaN a été élaborée a) à 800°C b) à 820°C. Seules les dislocations coins et mixtes (type *a* et *a+c*) sont visibles. La ligne blanche continue marque la limite approximative de la zone de transition dans laquelle l'interaction entre les dislocations est favorisée. L'insert schématise une ligne de dislocation courbée par rapport à la direction de croissance [0001] et sa projection sur le plan de croissance

L'élévation de la température de croissance, sensée favoriser la mobilité des espèces en surface, pourrait influencer la taille moyenne des grains cristallographiques de GaN nucléés sur l'AlN intercalaire. A densité de dislocations traversantes de type a (joints de grains) identique, la désorientation moyenne des grains cristallographiques augmente avec leur taille moyenne (**voir Annexe A12d, Equation A-5**). Comparé au HEMT de référence H_{800} ($LMH(30\bar{3}2)_{GaN}^{DRX} = 1890$ arcsec), l'échantillon H_{820} présente un twist plus important ($LMH(30\bar{3}2)_{GaN}^{DRX} = 2320$ arcsec). Cette augmentation du twist moyen avec la température pourrait donc être liée, entièrement ou en partie, à une augmentation de la taille moyenne des grains cristallographiques. Dans ce cas, la densité de dislocations traversantes de type a de l'échantillon H_{820} devrait être égale ou inférieure à celle observée dans l'échantillon de référence H_{800} . L'échantillon H_{820} présente néanmoins une densité de dislocations traversantes plus importante (mesurée par MFA), ce qui contredit l'hypothèse précédente.

Nous pourrions alors privilégier l'influence de la température de croissance sur la montée des dislocations traversantes. A densité de dislocations traversantes équivalente et à taille de grains cristallographiques identiques, une température de croissance plus élevée accélérerait le processus de relaxation dans les premiers stades de la croissance du tampon GaN en favorisant le phénomène de montée des dislocations traversantes et donc en augmentant leur angle d'inclinaison.

Cependant, les images MET ne nous ont pas permis de conclure sur la densité de dislocations présentes à l'interface GaN/AlN, sur l'angle d'inclinaison des lignes de dislocations et le nombre de demi-boucles. En effet, les 200 premiers nanomètres du tampon GaN présentent une densité de dislocations beaucoup trop importante. Nous avons donc privilégié d'autres méthodes d'investigation pour vérifier cette hypothèse.

Il a été montré que la courbure des dislocations pouvait être générée par la formation d'îlot ou par l'avancé de macromarches [26, 57, 58]. Aussi, il a été supposé que l'angle d'inclinaison était déterminé par les conditions de croissance responsables de la rugosification du film épitaxié, en ce sens que la rugosité du film pouvait assister la redirection de la ligne de dislocation [21, 23, 25]. Cependant, comme nous pouvons le constater sur les **Figures III-15a** et **III-15b**, l'augmentation de 20°C de la température de croissance n'a aucun effet notable sur la rugosité d'une couche fine de GaN ($RMS = 0,2$ nm). Pour une couche GaN plus épaisse, une élévation de la température de croissance conduit à une surface plus lisse avec des « collines » plus larges (**Figures III-15d** et **III-15f**). Notons que contrairement à la référence [21], la surface la moins rugueuse est associée à une vitesse de relaxation plus rapide (température de croissance plus élevée).

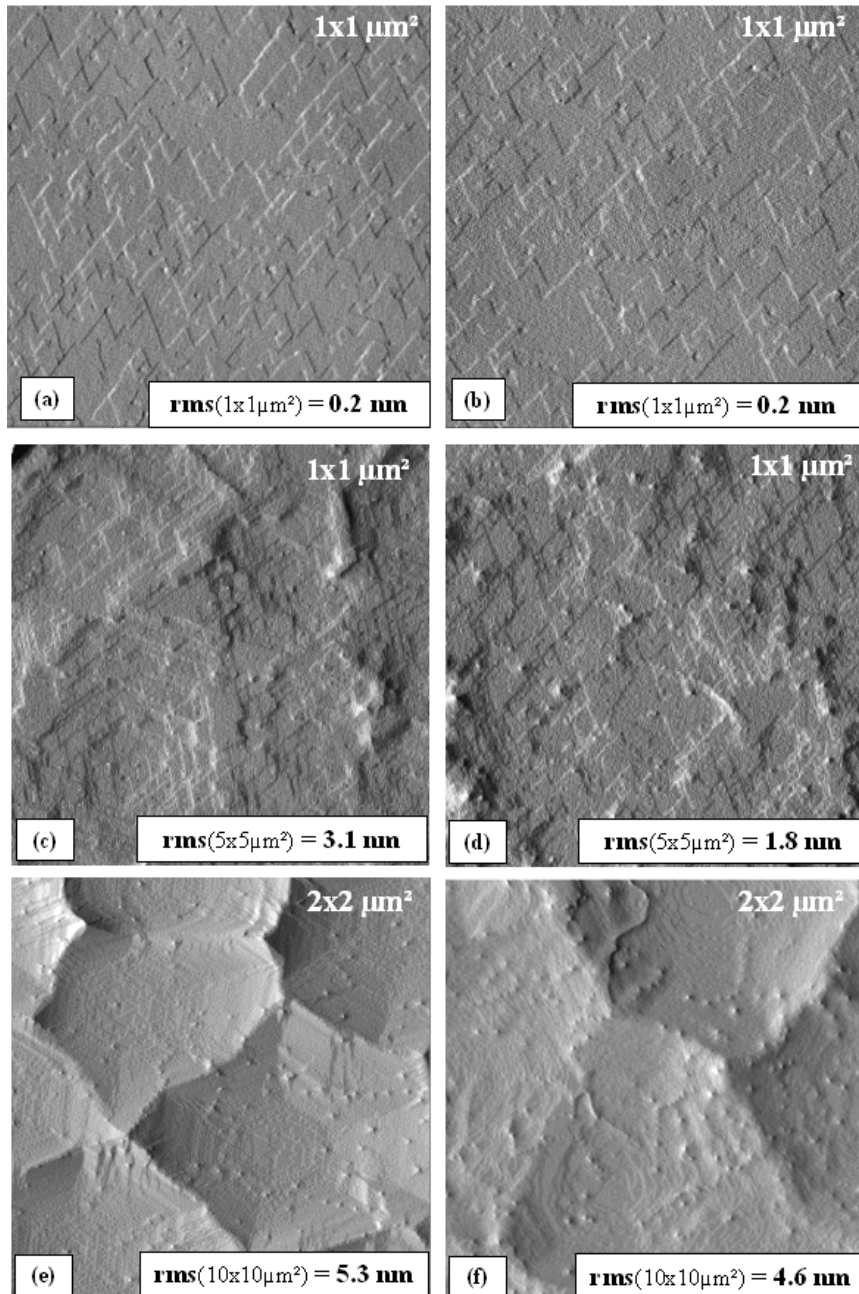


Figure III-15 : image MFA (image dérivée) de la surface de GaN épitaxié sur l'AlN intercalaire à 2 températures différentes [800°C (a), (c), (e) et 820°C (b), (d), (f)] et pour 3 épaisseurs différentes [1nm pour (a) et (b), 130nm pour (c) et (d), 1700nm pour (e) et (f)]. La taille des images et la valeur de la rugosité *RMS* (images topographique) sont reportées sur chaque cliché

Les analyses de diffraction par rayon X (DRX) nous montrent qu'une élévation de la température de croissance du tampon GaN entraîne une diminution du tilt moyen et une augmentation du twist moyen des grains cristallographiques. En effet, la *LMH* de la raie symétrique (0002), sensible aux dislocations à composante vis, évolue de 1080 arcsec (échantillon H₈₀₀) à 730 arcsec (échantillon H₈₂₀), tandis que la *LMH* de la raie asymétrique (30-32), sensible aux dislocations à composante coins, augmente de 1890 arcsec (échantillon H₈₀₀) à 2320 arcsec (échantillon H₈₂₀). Ces observations sont

cohérentes avec celles faites sur substrat SiC par Corrion et al [24] pour une gamme de températures plus faible (745°C – 770°C).

Comme décrit par Vézian et al [18], au cours de la croissance ammoniac d'une couche GaN sur l'AlN intercalaire il apparaît une transition d'un mode de croissance « spiral » à un mode de croissance « mixte » dans lequel la nucléation bidimensionnelle est suffisamment active pour donner naissance à une rugosité cinétique. D'après cette étude, au cours des premiers stades de la croissance du tampon GaN, le mode de croissance par avancé de marches en présence de dislocations vis (type *c*) favorise le mode de croissance « spiral ». L'apparition de monticules de matériau, comme ceux observés aux **Figures III-15c et III-15d**, est corrélée à une diminution de la densité de dislocations. Le mode de croissance « spiral » est favorisé par la diffusion des atomes en surface, elle-même facilitée par une contrainte compressive du GaN. Le mode de croissance « mixte » n'apparaîtra que lorsque la contrainte résiduelle sera devenue suffisamment faible, au-delà d'un seuil critique [18]. La rugosité cinétique qui se développe alors conduit à une morphologie de surface typique en « collines » (**Figures III-15e et III-15f**).

L'augmentation de la température de croissance a donc deux effets opposés : une diminution de la rugosité cinétique par une diffusion de surface favorisée, mais qui commence à se développer plus tôt du fait d'une relaxation de la contrainte compressive plus rapide. Notons que la température ne semble pas jouer sur la rugosité de surface des couches fines (**Figure III-15a et III-15b**), ce qui justifierait l'hypothèse d'une même taille de grains cristallographiques au départ de la croissance de la couche tampon GaN. La comparaison des **Figures III-15e et III-15f** montre clairement que pour des couches plus épaisses, la rugosité diminue avec l'élévation de la température, ce qui signifie que l'effet de la diffusion de surface domine. La température favorisant la diffusion des atomes en surface du GaN, elle favoriserait également la montée des dislocations traversantes. Ce mécanisme de montée favorisé par la température de croissance du GaN serait donc responsable d'une relaxation plus rapide de la contrainte compressive, indépendamment de la rugosité de surface.

Cette explication semble être confirmée par le comportement d'une structure HEMT (H_{780}) dont la couche tampon de GaN a été épitaxiée à une température plus basse ($T_{pGaN} = 780^\circ\text{C}$) (**Figure III-11**). En effet, comparé à la structure HEMT référence H_{800} , cet échantillon H_{780} présente une courbure convexe plus importante et une densité de dislocations traversantes plus faible ($\rho_{TD} = 4,5 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$, $LMH(30\bar{3}2)_{GaN}^{DRX} = 1858 \text{ arcsec}$), mais au détriment d'une rugosité de surface plus élevée ($RMS_{(10 \times 10 \mu\text{m}^2)} = 5,7 \text{ nm}$).

Les principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs H_{800} , H_{780} et H_{820} sont reportées au **Tableau III-1** ci-dessous. Les performances électriques en statique de l'échantillon H_{780} sont comparables à celles de la structure HEMT de référence H_{800} . L'échantillon H_{820} étant fissuré, il n'a pu faire l'objet d'un procédé technologique pour la réalisation du transistor HEMT.

	H_{800}	H_{820}	H_{780}	Hp_{700}	Hp_{650}
ρ_{TD}^{MFA} (cm ⁻²)	5×10^9	8×10^9	$4,5 \times 10^9$	$1,43 \times 10^{10}$	$1,1 \times 10^{10}$
$LMH(0002)_{GaN}^{DRX}$ (arcsec)	1080	730	922	785	835
$LMH(30\bar{3}2)_{GaN}^{DRX}$ (arcsec)	1890	2320	1858	3112	2899
N_s^{CV} (cm ⁻²)	$8,20 \times 10^{12}$	<i>fissuré</i>	$7,90 \times 10^{12}$	$7,55 \times 10^{12}$	$7,80 \times 10^{12}$
N_s^{Hall} (cm ⁻²)	$9,47 \times 10^{12}$		$8,93 \times 10^{12}$	$1,25 \times 10^{13}$	2×10^{13}
N_{dmin}^{CV} (cm ⁻³)	$2,9 \times 10^{14}$		$1,97 \times 10^{14}$	$4,1 \times 10^{14}$	$3,5 \times 10^{14}$
R_c (Ohm.mm)	0,51		0,29	0,14	0,12
R_{sk} (Ohm.sqr)	357		375	600	512
R_{tampon} ($V = 10V$) (Ohm)	$1,68 \times 10^7$		$2,48 \times 10^7$	$6,98 \times 10^4$	$1,05 \times 10^4$
Transistor	L_g (μm)		2	2	3
$W_g = 150 \mu m$	D_{sd} (μm)	9	9	11	10
V_p (V)	-4,7	<i>fissuré</i>	-4,9	-5	-6,8
I_{gs}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$)	$4,16 \times 10^{-5}$		$6,59 \times 10^{-5}$	$3,71 \times 10^{-6}$	$3,41 \times 10^{-3}$
I_{ds}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$ et $V_{ds} = 10V$)	$8,75 \times 10^{-5}$		$1,03 \times 10^{-4}$	$2,23 \times 10^{-2}$	$1,12 \times 10^{-1}$
I_{dss} (A/mm) ($V_{gs} = 0V$)	0,505		0,437	0,405	0,494
G_m^{max} (mS/mm)	134		116	110	105

Tableau III-1 : principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs H_{800} , H_{780} , Hp_{700} et Hp_{650}

b. Croissance hybride EJM-NH₃/EJM-N₂

La croissance EJM avec une source plasma azote (EJM-N₂) produit des couches de qualité à une température notablement plus basse et avec un front de croissance lisse dû aux conditions riche-gallium. Notons qu'il est possible d'obtenir des couches lisses de qualités à une température de 800°C dans des conditions stoechiométrique [59, 60]. La **Figure III-16** montre les dislocations traversantes coins et mixtes (type a et $a+c$) dans une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN dans laquelle le premier micromètre des 1,7 μm du tampon GaN a été réalisé par EJM-N₂ à 710°C. Comme dans le cas d'une croissance ammoniac (EJM-NH₃), des dislocations traversantes courbées et des demi-boucles de dislocations apparaissent dans la partie inférieure de la couche tampon GaN. Cependant, les dislocations traversantes semblent se propager avec un angle d'inclinaison plus faible que dans le cas

d'une croissance ammoniac, et ce jusqu'à ce que les conditions de croissance changent à l'interface EJM-NH₃/EJM-N₂. Le fait que la plupart des lignes de dislocations verticales s'inclinent au moment du passage à la croissance EJM-NH₃ à 800°C confirme la présence d'une contrainte résiduelle notable dans la couche de GaN, non relaxée durant le premier micron de croissance EJM-N₂.

Le GaN a été nucléé sur l'AlN intercalaire à 650°C et 700°C respectivement pour les échantillons Hp₆₅₀ et Hp₇₀₀, avant que la température ne soit augmentée à 710°C. Comme le montre la **Figure III-11**, l'échantillon Hp₆₅₀ ($T_{GaN}^{nucléation} = 650^{\circ}C$) présente une courbure plus importante ($\kappa = 0,1573m^{-1}$) comparé à l'échantillon Hp₇₀₀ ($T_{GaN}^{nucléation} = 700^{\circ}C$, $\kappa = 0,0259m^{-1}$).

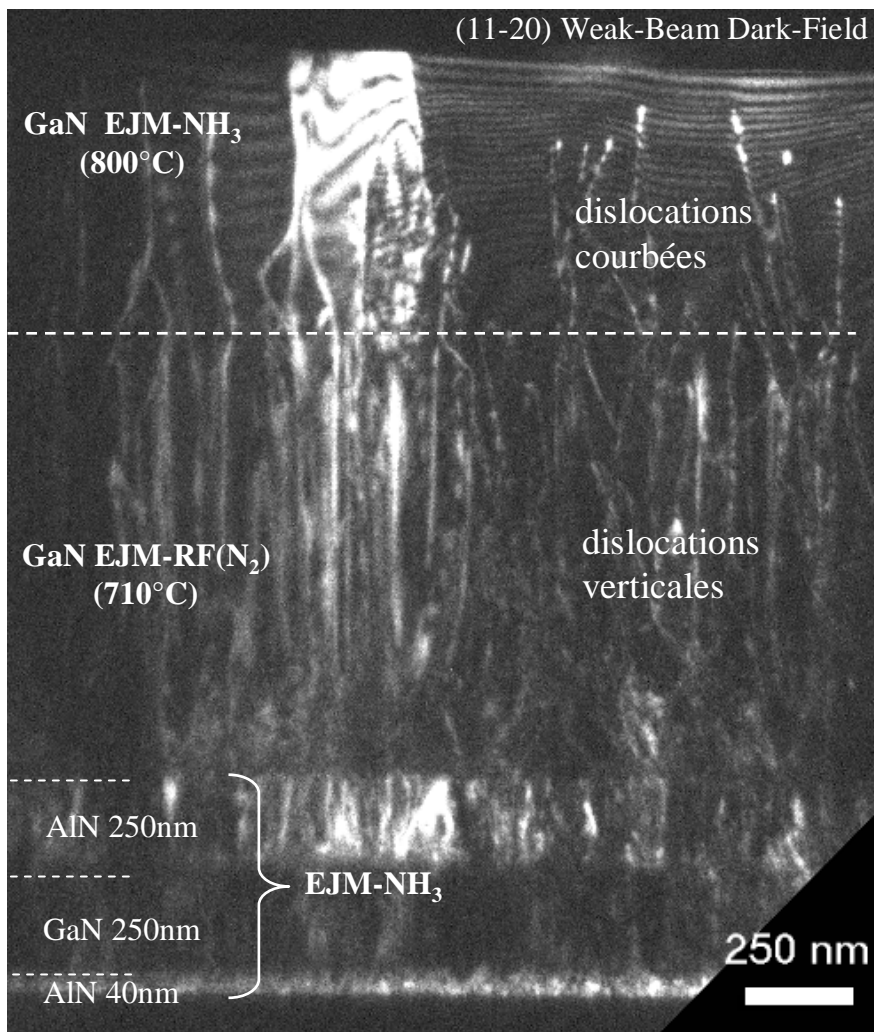


Figure III-16 : microscopie électronique en transmission (MET) d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN épitaxiée sur substrat Si(111) dont le premier micron de la couche tampon GaN a été réalisé avec une source plasma azote (EJM-N₂) à 710°C. Seules les dislocations coins et mixtes (type a et a+c) sont visibles

Nous pouvons constater que ces échantillons présentent une couche finale de GaN déformée notablement en extension à 300K ($\varepsilon_{xx} = 0,1378$ % pour Hp₆₅₀ et $\varepsilon_{xx} = 0,1911$ % pour Hp₇₀₀). Ceci s'explique par le nombre encore élevé de dislocations traversantes à ce stade de la croissance (interface EJM-NH₃/EJM-N₂), qui permet au GaN réalisé par EJM-NH₃ à 800°C de relaxer rapidement. Cette observation justifie donc les arguments donnés précédemment sur le fait que la vitesse de relaxation dépend de la densité de dislocations traversantes à composante coins (type *a* et *a+c*). Notons également que ces échantillons ne sont pas fissurés et que leur courbure convexe rend compte d'une déformation moyenne compressive de la structure. La montée des dislocations pourrait être très sensible à la sursaturation de défauts ponctuels, elle-même sensible à la température de croissance ou aux effets de stœchiométrie. Une température de croissance plus basse (EJM-N₂ à 710°C) et/ou un environnement riche gallium serait défavorable au phénomène de montée des dislocations traversantes et rendrait alors possible le maintien d'une contrainte compressive en limitant leur angle d'inclinaison. C'est donc le premier micromètre de GaN peu relaxé qui permet à l'ensemble de la structure de supporter la contrainte extensive subie au cours du refroidissement et d'éviter ainsi la fissuration des couches. Cependant, l'interaction limitée entre dislocations entraîne une plus faible efficacité du processus de filtrage des dislocations traversantes et une densité ρ_{TD} résultante excédant les $1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$.

Ces observations confirment le rôle majeur joué par les conditions de croissance de la couche tampon GaN (température et/ou rapport V/III) sur l'inclinaison des dislocations traversantes, et par voie de conséquence sur leur filtrage et la vitesse de relaxation de la contrainte compressive.

Notons cependant qu'une nette remontée du dopage résiduel est visible par C(V)-bille-de-mercure à environ 0,7 μm de la surface, ce qui correspond au passage à la croissance EJM-NH₃ (**Figure III-17**).

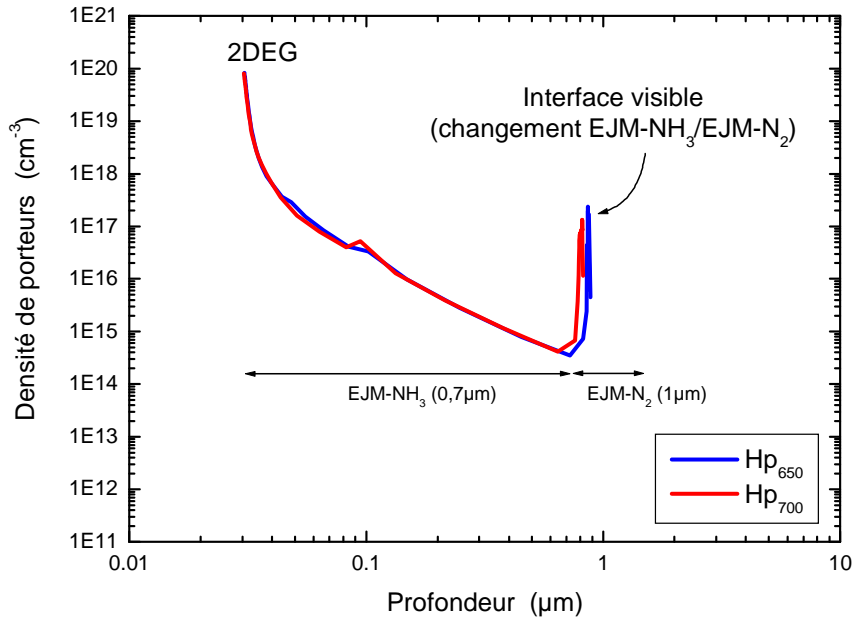


Figure III-17 : densité de porteurs en fonction de la profondeur déduites de la mesure capacitive C(V)-bille-de-mercure pour les échantillons Hp₆₅₀ (bleu) et Hp₇₀₀ (rouge)

Comme le montre le profil SIMS ci-dessous (**Figure III-18**) les teneurs en silicium et en oxygène relevées dans la partie du tampon GaN EJM-N₂ ([Si]~5x10¹⁶ at/cm³ et [O]~1-2x10¹⁷ at/cm³) sont plus importantes que dans le cas d'une croissance ammoniac EJM-NH₃ ([Si]~2-4x10¹⁵ at/cm³ et [O]~5-6x10¹⁶ at/cm³). Rappelons que le silicium et l'oxygène sont des donneurs dans GaN avec des énergies d'activation $E_A = 29-30$ meV pour Si et $E_A = 32-34$ meV pour O. Notons cependant que la densité de porteurs résiduelle mesurée par C(V)-bille-de-mercure dans la partie GaN EJM-NH₃ reste elle tout à fait habituelle, en deçà de 1x10¹⁵ cm⁻³ (**Figure III-17**), sans doute la conséquence d'une densité de dislocations élevée.

Dans le cas d'une reprise de croissance par EJM-N₂ sur tremplin GaN/Saphir, F. Natali *et al* [61] ont observé, en plus de l'interface conductrice de recroissance, un dopage résiduel élevé dans la couche GaN.

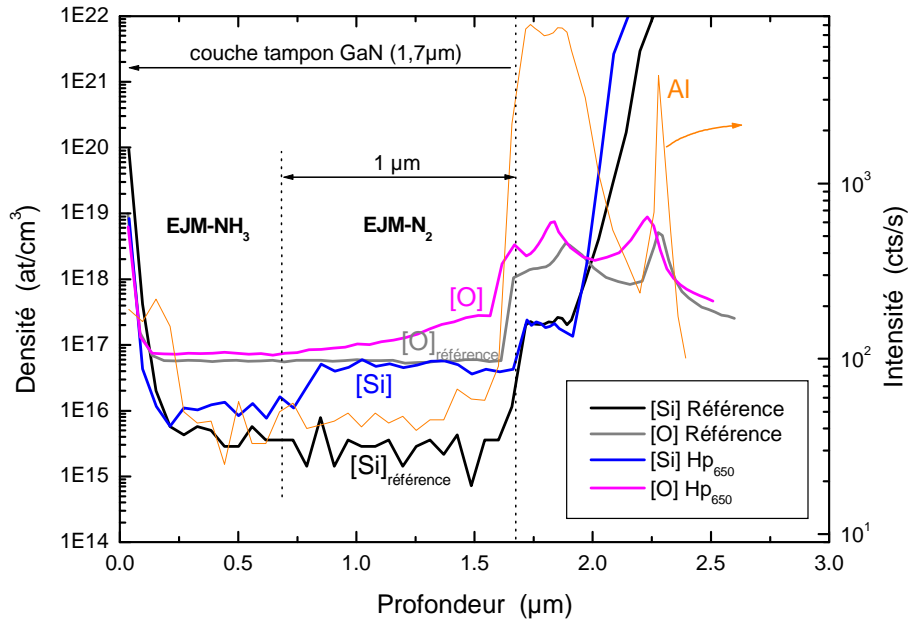


Figure III-18 : profil SIMS de la structure HEMT (Al,Ga)N/GaN Hp₆₅₀ et d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN de référence sur Si(111)

Les principales caractéristiques structurales et électriques des échantillons Hp₇₀₀ et Hp₆₅₀ sont données dans le **Tableau III-1**.

L'incorporation d'impuretés donneuses dans le GaN EJMN₂ peut être à l'origine de la différence observée entre la densité surfacique de charge mesurée par C(V)-bille-de-mercure (N_s^{CV}) et celle mesurée par effet Hall (N_s^{Hall}) pour les échantillons Hp₆₅₀ et Hp₇₀₀ (**Tableau III-1**). Par conséquent, la variation de la résistance de feuille R_{sh} observée sur la **Figure III-8** pourrait être en grande partie liée à la variation du nombre de charges dans la couche tampon.

La densité de dislocations élevée mesurée sur les échantillons Hp₇₀₀ et Hp₆₅₀ ne semble pas jouer en faveur d'une meilleure isolation des couches tampons (R_{tampon} faible). Ceci est dû à la contamination silicium et oxygène vue précédemment (**Figure III-17** et **Figure III-18**). Cette dernière est responsables des courants de fuites élevés mesurés dans le tampon GaN (I_{ds}^{fuite}). En revanche, les propriétés de transport du 2DEG se trouvent affectées par la forte densité de dislocations traversantes présente dans ces deux échantillons (R_{sh} élevée). L'influence de la densité de dislocations traversantes sur la fuite de grille n'est pas claire. En effet, contrairement à Hp₆₅₀, l'échantillon Hp₇₀₀ présente à la fois une densité de dislocations élevée et un courant de fuite de grille faible (I_{gs}^{fuite}).

c. L'épaissement du tampon GaN

L'épaissement du tampon GaN est une des solutions possibles pour améliorer sa qualité structurale, réduire la densité de dislocations traversantes, et améliorer ainsi les caractéristiques de transport du 2DEG (R_{sh}) et les performances statiques du transistor HEMT (I_{dss} et G_m^{\max}), tout en éloignant le 2DEG des interfaces enterrées AlN/GaN et du substrat afin de réduire les effets capacitifs. Le **Tableau III-2** montre quelques résultats structuraux et électriques de trois structures HEMTs H₈₀₀, H_{E1} et H_{E2} présentant respectivement une épaisseur de la couche tampon GaN de 1,7 μ m, 1 μ m et 0,5 μ m. Cependant, l'augmentation de l'épaisseur de la couche tampon GaN conduit à une diminution de la dissipation thermique (augmentation de la résistance thermique verticale). Des expériences sur la dissipation thermique de HEMTs (Al,Ga)N/GaN réalisés sur différents substrats comme le saphir et le silicium montrent que la résistance thermique de GaN joue un rôle non négligeable [62] et donc que des couches plus fines pourraient être plus efficaces pour transférer la chaleur dissipée vers le substrat. Rappelons enfin que l'épaissement de la couche tampon GaN augmente la proportion de GaN relaxée et donc augmente le risque de fissuration au cours du refroidissement.

L'analyse des propriétés électriques des couches épitaxiées avec différentes épaisseurs de tampon GaN montre un comportement apparemment contradictoire avec celui précédemment observé à la **Figure III-10**, c'est à dire une augmentation de la résistance des couches tampons et une diminution du dopage résiduel avec l'augmentation de l'épaisseur, alors que la densité de dislocations traversantes diminue (**Tableau III-2**).

		H₈₀₀	H_{E1}	H_{E2}
Epaisseur du tampon GaN (μm)		1,7	1	0,5
ρ_{TD}^{MFA} (cm^{-2})		5×10^9	$9,2 \times 10^9$	$1,4 \times 10^{10}$
N_S^{CV} (cm^{-3})		$8,20 \times 10^{12}$	1×10^{13}	$9,93 \times 10^{12}$
N_S^{HBL} (cm^{-3})		$9,47 \times 10^{12}$	$8,96 \times 10^{12}$	$8,62 \times 10^{12}$
N_{dmin}^{CV} (cm^{-3})		$2,9 \times 10^{14}$	$8,7 \times 10^{14}$	1×10^{15}
R_c (Ohm.mm)		0,51	0,65	0,51
$R_{y,k}$ (Ohm.sqr)		357	369	393
ρ_{tampon} ($V = 10V$) (Ohm.mm)		$3,62 \times 10^4$	$4,67 \times 10^3$	8×10^2
Transistor $W_g = 150 \mu\text{m}$	L_g (μm)	4	4	5
	D_{sd} (μm)	11	12	12
V_p (V)		-4,7	-5,3	-5,2
I_{gs}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$)		$8,47 \times 10^{-5}$	$6,19 \times 10^{-5}$	$3,68 \times 10^{-4}$
I_{ds}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$ et $V_{ds} = 10V$)		$1,03 \times 10^{-4}$	$6,35 \times 10^{-5}$	$1,58 \times 10^{-4}$
I_{dss} (A/mm) ($V_{gs} = 0V$)		0,401	0,443	0,363
G_m^{max} (mS/mm)		110	107	95

Tableau III-2 : résumé des principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN H₈₀₀, H_{E1} et H_{E2} présentant respectivement une épaisseur de la couche tampon GaN de 1,7 μm , 1 μm et 0,5 μm .

Ce comportement s'explique par le fait que le courant de fuite mesuré dépend de la conductivité de l'intégralité de la structure épitaxiée. A proximité du substrat, les couches semiconductrices enterrées sont dopées par les contaminants présents à la surface du substrat, notamment oxygène et silicium (dans l'empilement AlN_{250nm}/GaN_{250nm} [Si] $\sim 1 \cdot 5 \times 10^{17}$ at/cm⁻³ et [O] $\sim 2 \cdot 8 \times 10^{18}$ at/cm⁻³). Nous l'avons vu précédemment, à épaisseur égale, les couches présentant le plus de dislocations traversantes émergeant à la surface de l'échantillon apparaissent comme plus résistives (**Figure III-10b**). Comme nous pouvons le voir sur le cliché MET de la **Figure III-4**, la distribution des dislocations n'est pas uniforme dans l'épaisseur des films épitaxiés. De la diminution du courant de fuite dans les couches GaN plus épaisses, nous pouvons conclure que en dehors des couches enterrées voisines du substrat, le GaN présente des dopages résiduels suffisamment faibles ($< 10^{15}$ cm⁻³) pour que la résistance totale des couches déposées augmente avec l'épaisseur. La conductivité électrique dans les couches supérieures est faible devant celle des couches voisines du substrat, ce qui permet l'application de champs électriques élevés dans ces couches à raison de 100V par μm environ, ce que nous vérifions expérimentalement pour les couches de GaN épaisses de plus de 1 μm avec moins de 1mA/mm de courant de fuite à 100V.

Les observations faites ici ont été confirmées par des mesures électriques effectuées sur des motifs isolés par implantation d'hélium sur deux échantillons réalisés au CRHEA (mesures réalisées par Y. Douvry, IEMN, *groupe des composants et dispositifs microondes de puissance*). Comparé à une structure HEMT de référence ($R_{sh} = 366$ et $I^{fuite} = 0,5$ mA/mm pour une tension $V = 250$ V), l'échantillon avec une couche tampon GaN de $0,5\mu\text{m}$ d'épaisseur présente une résistance de feuille $R_{sh} = 581$ Ohm/sqr et un courant de fuite des couches tampon $I^{fuite} = 0,5$ mA/mm pour une tension $V = 50$ V.

d. Conclusion

Nous avons vu comment la température de croissance de GaN influence la montée des dislocations traversantes et par voie de conséquence leur filtrage et la vitesse de relaxation de la couche tampon. La diminution de la température de croissance permet de ralentir le processus de relaxation de la contrainte compressive dans la couche tampon GaN épitaxiée sur l'AlN intercalaire. Cet aspect a été confirmé par la réalisation des couches tampon GaN hybrides EJM-NH₃/EJM-N₂, mais avec dans ce cas une plus faible efficacité du processus de filtrage des dislocations traversantes.

Le maintien d'une contrainte compressive sur une épaisseur plus importante de la couche tampon GaN offre la possibilité d'épaissir la couche et diminue le risque de fissuration au refroidissement. L'épaississement de la couche tampon permet en effet d'améliorer sa qualité structurale tout en éloignant la zone active des interfaces enterrées et du substrat, ce qui est profitable aux propriétés de transport du 2DEG et aux caractéristiques de sortie du transistor HEMT. Notons cependant que l'épaississement des couches épitaxiées rallonge la durée du procédé de croissance des structures et donc leur coût.

Comme nous l'avons vu au **paragraphe III11**, la cinétique de relaxation de la contrainte compressive dans la couche tampon GaN dépend au premier ordre de la densité de dislocations traversantes de composante coins provenant des couches inférieures et susceptibles de se courber. Réduire la densité de dislocations traversantes provenant des couches inférieures est donc primordial pour réduire la vitesse de relaxation de la couche tampon GaN et ainsi pouvoir l'épaissir.

Dans l'optique d'améliorer la qualité structurale du matériau avant de déposer la couche tampon de GaN, nous traitons dans les 3 paragraphes suivant des paramètres de croissance susceptibles d'influencer notablement la qualité structurale des couches enterrées.

III22. La désoxydation du substrat silicium

a. La désoxydation thermique *in situ*

La désoxydation thermique *in situ* est la procédure « standard » habituellement utilisée au CRHEA. Elle consiste en une élévation rapide de la température du substrat (« flash thermique ») jusqu'à 950°C sous ultra-vide dans la chambre de croissance, de manière à enlever la couche d'oxyde natif SiO₂ présente à la surface du substrat silicium (la pression augmente alors jusqu'à quelques 1x10⁻⁷ Torr). La surface désoxydée du substrat Si(111) observée par RHEED présente alors une reconstruction de surface 1x1 pour une température supérieure à 830°C, qui se transforme en reconstruction 7x7 en dessous de 830°C (voir **Annexe A11b**). La **Figure III-19b** montre une image MFA de la surface de silicium ainsi obtenue. Nous constatons la présence de défauts (~ 3x10⁹ cm⁻²), généralement attribués à des cristallites de SiC provenant d'une ségrégation du carbone présent dans l'oxyde ou en surface du silicium [63]. Ces cristallites (d = 10-100nm) bloquent le développement des terrasses atomiques lors de leur mouvement à haute température et entraînent ainsi la formation de paquets de marches (« step-bunching » en anglais). Des procédures « très haute température » sous flux d'hydrogène (>1100°C) permettent de s'affranchir des cristallites et d'obtenir des surfaces à marches atomiques régulières et périodiques. Ces températures, difficilement accessibles par des techniques classiques de chauffage par rayonnement utilisées en EJM, sont généralement obtenues par passage de courant (chauffage par effet joule) sur de petite surface d'échantillons. Néanmoins, un recuit « haute température » (1150°C) dans un bâti de croissance EJM a été optimisé par Franck Natali sur Si(111) [8]. Cependant, ce type de traitement réduit considérablement la durée de vie du four de croissance qui fonctionne ici dans des conditions extrêmes.

La procédure de désoxydation thermique nécessite des précautions afin d'éviter la nitruration du substrat à haute température, très dommageable quant à l'établissement d'une relation épitaxiale (Al,Ga)N/Si(111). La présence d'un résiduel NH₃ est inévitable dans un réacteur EJM-NH₃ utilisé de façon journalière. Une partie de l'ammoniac provenant des croissances précédentes est adsorbée sur les parois froides et constitue ainsi un « réservoir » qui participe à l'alimentation du « résiduel ». En effet, lorsque la surface de Si(111) est chauffée au cours de l'étape de désoxydation, le rayonnement thermique du four de croissance permettra de désorber le NH₃ adsorbé sur les parois et ainsi accroître la pression résiduelle. Au-delà d'une température d'environ 400°C, la molécule NH₃ se dissocie sous forme de molécules NH_x et leur adsorption à la surface du silicium permet la formation de liaisons Si-NH_x, Si-H_x voire Si-N_x. Dans sa thèse, Arnaud Le Louarn [64] a étudié par microscopie à effet tunnel les effets de la présence d'un résiduel NH₃ dans la chambre de croissance lors des recuits à haute température d'une surface de Si(111). Il a montré qu'un recuit de la surface de Si(111)-7x7 à environ 750°C dans la chambre de croissance en présence d'un résiduel NH₃ donne lieu à une nitruration partielle de la surface. L'exposition à haute température (~900°C) du Si(111) à l'ammoniac pourra même entraîner la formation d'une couche cristalline de Si₃N₄ à sa surface [65]. Il est donc important

d'une part d'éliminer préalablement l'ammoniac résiduel présent dans la chambre de croissance et provenant des croissances précédentes (régénération du panneau cryogénique et dégazage du four), et d'autre part de redescendre rapidement la température du four une fois l'oxyde désorbé.

b. La désoxydation chimique *ex situ*

Il était important de conclure sur l'influence des cristallites de SiC sur les couches (Al,Ga)N épitaxiées. Nous avons donc étudié la préparation de la surface avant croissance par un procédé chimique largement utilisé dans l'industrie du silicium. Celui-ci consiste en la formation d'un oxyde « propre » après gravure de l'oxyde déjà présent et des premières couches atomiques du silicium (solution SC1), puis retrait de celui-ci par attaque acide (acide fluorhydrique HF) ; on parlera alors de substrat « HF last » (voir **Annexe C**). Dans ce cas, la surface du substrat silicium est passivée hydrogène et peut rester quelques dizaines de minutes à l'air libre sans modification notable. Une fois le substrat Si(111) « HF last » introduit dans la chambre de croissance, la reconstruction de surface 7x7 du silicium apparaît après chauffage à 700°C sous vide dans la chambre de croissance, une fois les atomes d'hydrogène désorbés.

Comme le montre la **Figure III-19a**, la désoxydation chimique *ex situ* du substrat Si(111) permet de s'affranchir des cristallites habituellement observées pour une désoxydation thermique *in situ* « standard ». La désoxydation chimique *ex situ* associée à une température plus basse (700°C) permet donc de réduire le « step bunching » et de diminuer ainsi la rugosité de surface du silicium.

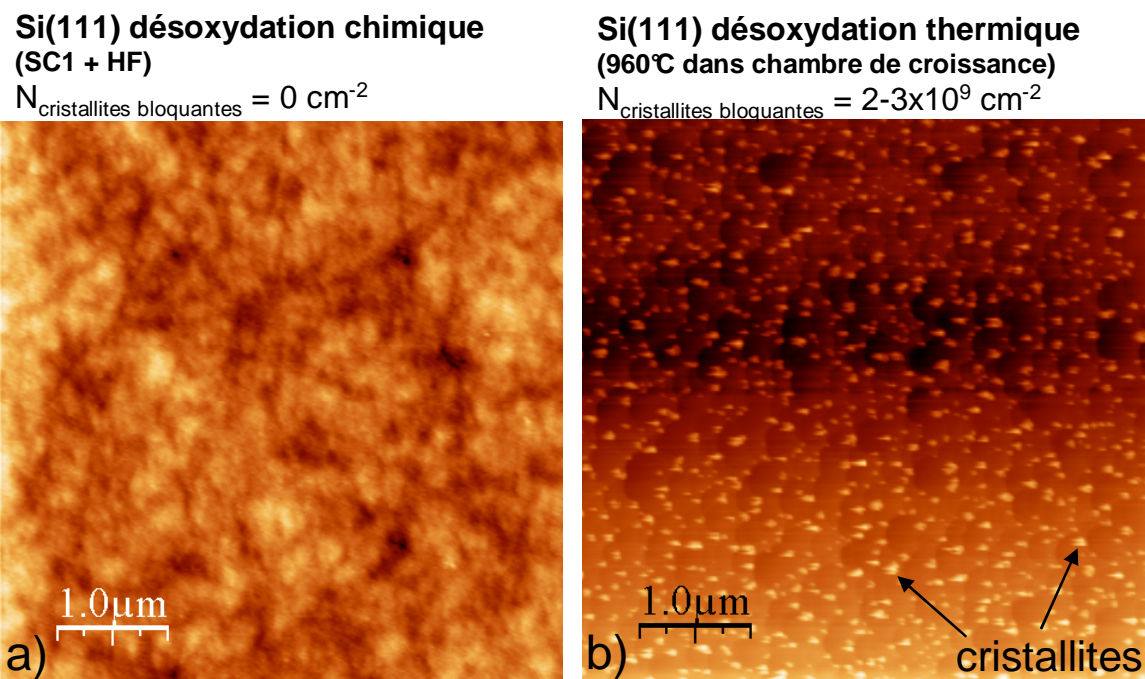


Figure III-19 : image topographique MFA de la surface d'un substrat Si(111) désoxydé chimiquement (a) et thermiquement (b). D'après J-C. Moreno

La désoxydation chimique a également pour effet de diminuer de façon importante (facteur 100) la densité de trous généralement observés dans la couche de GaN intercalaire (**Figure III-20a et 20b**). Il semblerait donc que ces trous ($d \sim 100\text{nm}$), que nous retrouvons parfois en surface de la structure HEMT, soient en partie dus à la présence de cristallites de SiC en surface du substrat Si(111) (**Figure III-20c**). Nous pouvons donc espérer obtenir un GaN intercalaire de meilleure qualité structurale en utilisant une désoxydation chimique.

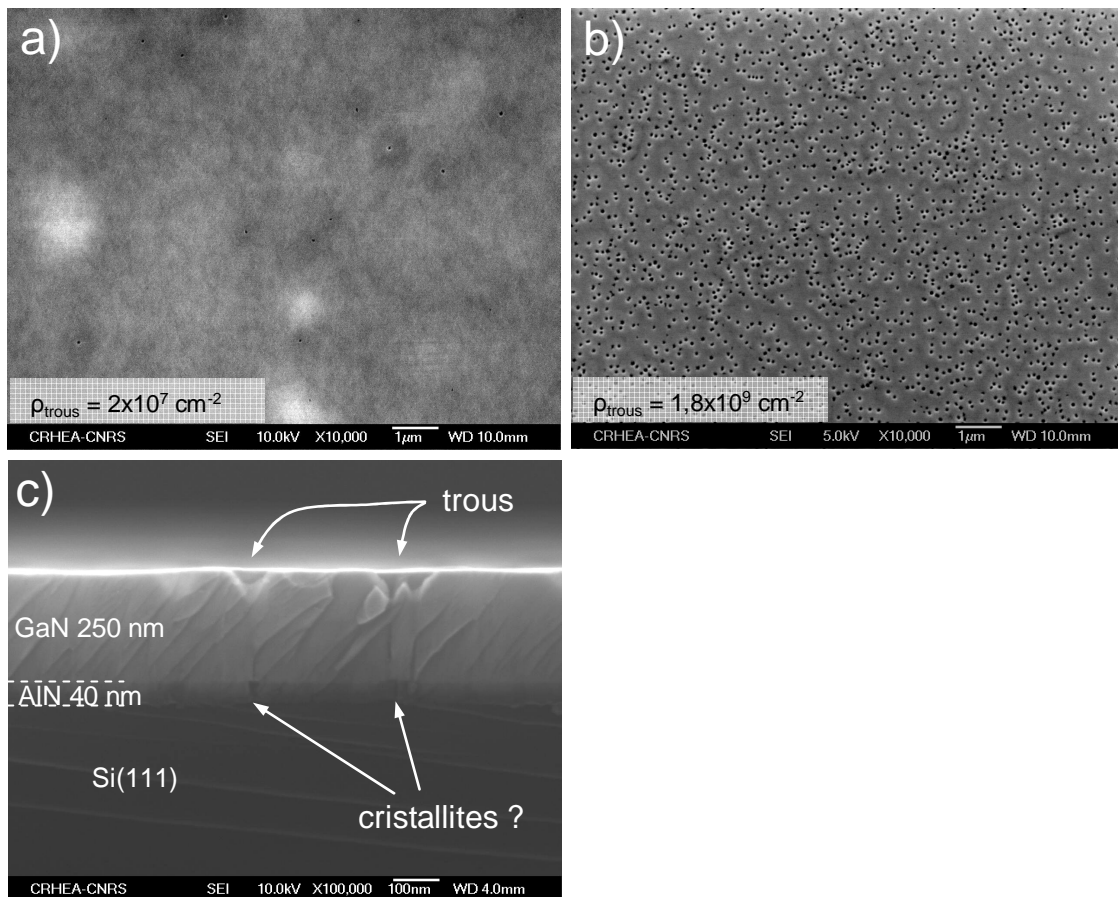


Figure III-20 : image MEB du GaN intercalaire : a) la surface dans le cas d'une désoxydation chimique, b) la surface dans le cas d'une désoxydation thermique, c) la section dans le cas d'une désoxydation thermique

Le **Tableau III-3** ci-dessous résume les principales caractéristiques structurales du GaN intercalaire. Dans le cas d'une désoxydation thermique *in situ*, la densité trop importante de trous nous empêche d'obtenir des images MFA suffisamment correctes pour un comptage des dislocations traversantes. Au vu des valeurs obtenues par DRX pour la *LMH* de la raie asymétrique (30-32) du GaN, nous pouvons présumer une densité de dislocations traversantes identique quel que soit le type de désoxydation. Notons tout de même que la PL semble indiquer une meilleure qualité avec une *LMH* du pic du bord de bande GaN plus faible dans le cas d'une désoxydation chimique. La grande différence se situe donc principalement au niveau de la rugosité de surface (*RMS*) et de la déformation

biaxiale résiduelle (ϵ_{xx}). La contrainte extensive subie par l'empilement GaN/AlN au cours du refroidissement de l'échantillon (contrainte thermo-élastique voir **Chapitre I paragraphe I23c**) conduit à une couche de GaN en tension à température ambiante ($\epsilon_{xx} > 0$).

GaN _{210nm} /AlN _{40nm} /Si(111)	désoxydation thermique (<i>in situ</i>)	désoxydation chimique (« HF last » <i>ex situ</i>)
$\rho_{\text{trous}}^{\text{MFB}}$ (cm ⁻²)	1,7x10 ⁹	2x10 ⁷
$\rho_{\text{TD}}^{\text{MFA}}$ (cm ⁻²)	impossible (trous)	6,2x10 ¹⁰
RMS (nm)	6,9	0,8
LMH(0002) $\frac{\text{DRX}}{\text{GaN}}$ (arcsec)	1260	1372
LMH(30 $\bar{3}2$) $\frac{\text{DRX}}{\text{GaN}}$ (arcsec)	3427	3366
LMH $\frac{10K}{\text{PL}}$ (meV)	29	25
ϵ_{xx} à 300K (%) (déduit de la PL à 10K)	0,18	0,53

Tableau III-3 : principales caractéristiques structurales du GaN intercalaire dans le cas d'une désoxydation thermique *in situ* « standard » et d'une désoxydation chimique *ex situ* « HF last »

Toutes les observations faites pour la couche de GaN intercalaire valent également pour des couches d'AlN sur Si(111) (**Figure III-21**). J.C Moreno *et al* [66] ont montré qu'une couche AlN épitaxiée sur Si(111) désoxydé chimiquement *ex situ* ne présente quasiment aucuns défauts en surface (**Figure III-21b et d**) comparée à une couche AlN « standard » épitaxiée sur Si(111) désoxydé thermiquement *in situ* (**Figure III-21a et c**). De plus, elle arbore une déformation résiduelle à température ambiante plus extensive ce qui traduit une relaxation plus lente de la contrainte extensive ($a_{\text{Si}} > a_{\text{AlN}}$). Cependant, la densité de dislocations traversantes mesurées par MFA et MET, ainsi que la LMH des raies asymétriques (10-13) et (10-15) mesurées par DRX sont comparables à celles d'une couche AlN épitaxiée sur Si(111) désoxydée thermiquement *in situ*. De par sa qualité médiocre, cette première couche d'AlN ne relaxe pas la contrainte extensive par la courbure des dislocations traversantes (voir le cas du GaN **paragraphe III21**) mais plutôt par la rugosité de sa surface et par l'introduction de dislocations de type *a* (*misfit*) à l'interface AlN/Si(111), sans doute favorisée par des défauts tels que les cristallites.

L'évolution de la déformation biaxiale ϵ_{xx} du GaN en fonction du type de désoxydation est assez dérangeante. En effet, d'après les résultats obtenus, pour une même densité de dislocations traversantes, une couche de GaN plus rugueuse (désoxydation thermique) relaxerait moins vite (ϵ_{xx} plus faible) qu'une couche moins rugueuse (désoxydation chimique). On aurait plutôt tendance à penser le contraire avec une relaxation plus rapide dans le cas d'une rugosité de surface plus importante (relaxation élastique), favorable à l'introduction de dislocations (relaxation plastique) [28].

La densité de trous pourrait jouer un rôle non négligeable sur la relaxation de la contrainte thermique extensive subie par la couche de GaN au cours du refroidissement. En effet, à proximité des trous présents en surface, la contrainte thermique extensive pourrait être accommodée élastiquement, ce qui expliquerait un GaN final moins en tension dans le cas d'une désoxydation thermique. Enfin, on peut se demander si la désoxydation chimique du substrat Silicium, et en particulier la présence ou non de cristallites, a une influence notable sur les étapes de nitruration du substrat et de nucléation de l'AlN (voir **paragraphe III23**).

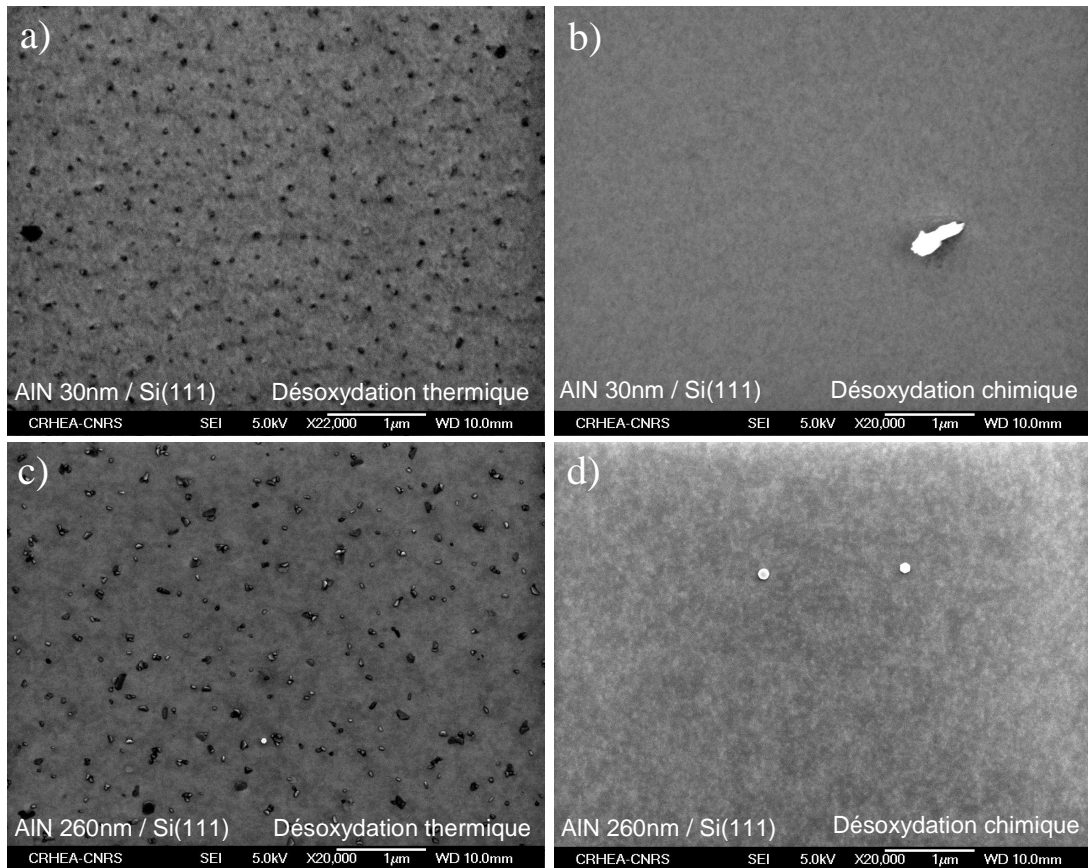


Figure III-21 : images MEB de la surface d'une couche d'AlN d'épaisseur 30 nm (a et b) et 260nm (c et d) épitaxiée sur Si(111) désoxydé thermiquement *in situ* (a et c) et chimiquement *ex situ* (b et d). D'après J-C. Moreno

Impact sur la structure HEMT

L'impact de la désoxydation du substrat sur la structure HEMT est présenté à la **Figure III-22**. Comparée à une désoxydation thermique, une désoxydation chimique (structure HEMT H_C) conduit à une courbure convexe plus importante de l'échantillon, à une densité de dislocations traversantes plus faible et un taux de relaxation de la couche tampon GaN moins important. De plus, une désoxydation thermique *in situ* sous une pression résiduelle d'ammoniac élevée (structures HEMTs H_{TR1} et H_{TR2}) conduit à des couches GaN en plus forte tension à température ambiante et présentant une densité de dislocations plus élevée.

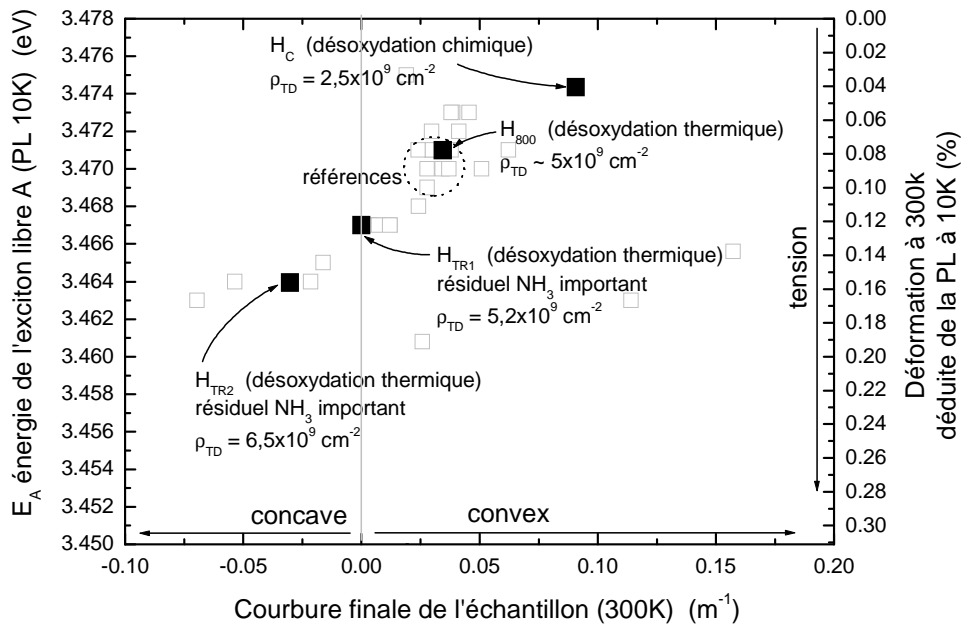


Figure III-22 : énergie de l'exciton libre A du GaN (E_A) mesurée par photoluminescence à basse température (PL 10K) et la déformation biaxiale (ϵ_{xx}) déduite à température ambiante (300K) selon l'équation I-18 (Chapitre I), en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante (300K). Les densités de dislocations (ρ_{TD}) données ont été mesurées par MFA

Le **Tableau III-4** ci-dessous résume les principales caractéristiques électriques des échantillons H_{800} , H_C et H_{TR2} dont le substrat a été respectivement désoxydé thermiquement (référence), chimiquement (voir **Annexe C**) et thermiquement avec un résiduel ammoniac important. Nous pouvons constater l'influence de la densité de dislocations traversantes (ρ_{TD}) sur l'isolation des couches tampons, sur les propriétés de transport du 2DEG, ainsi que sur les performances statiques du transistor HEMT. En effet, l'augmentation de la densité de dislocations traversantes (ρ_{TD}) entraîne l'augmentation de la résistance des couches épitaxiées (R_{tampon}), l'augmentation de la résistance de feuille (R_{sh}), la diminution du courant source-drain (I_{dss}) et de la transconductance (G_m^{max}). A titre d'exemple (échantillons H_{800} et H_{TR2}), nous voyons qu'une augmentation de 30% de ρ_{TD} entraîne une augmentation d'environ 20% de R_{sh} et une diminution d'environ 15% de I_{dss} et G_m^{max} ($V_p \sim 4,7$ V et $R_c \sim 0,5$ Ohm.mm).

		H₈₀₀	H_C	H_{TR2}
ρ_{TD}^{MFA} (cm ⁻²)		5x10 ⁹	2,5x10 ⁹	6,5x10 ⁹
$LMH(0002)_{GaIn}^{DRX}$ (arcsec)		1080	986	672
$LMH(30\bar{3}2)_{GaIn}^{DRX}$ (arcsec)		1890	1775	2305
N_S^{CV} (cm ⁻²)		8,20x10 ¹²	7x10 ¹²	8x10 ¹²
$N_S^{H\beta II}$ (cm ⁻²)		9,47x10 ¹²	7,90x10 ¹²	8,91x10 ¹²
N_{dmin}^{CV} (cm ⁻²)		2,9x10 ¹⁴	1,89x10 ¹⁴	1,22x10 ¹⁴
R_c (Ohm.mm)		0,51	0,60	0,60
$R_{s,k}$ (Ohm.sq)		357	381	440
$R_{tampxon}$ (V = 10V) (Ohm)		1,68x10 ⁷	2,87x10 ⁶	1,47x10 ⁸
Transistor $W_g = 150 \mu m$	L_g (μm)	2	<i>boursoufflures</i>	2
	D_{sd} (μm)	9		9
V_p (V)		-4,7		-4,6
I_{gs}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$)		4,16x10 ⁻⁵		1,14x10 ⁻⁵
I_{ds}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$ et $V_{ds} = 10V$)		8,75x10 ⁻⁵		8,36x10 ⁻⁶
I_{dss} (A/mm) ($V_{gs} = 0V$)		0,505		0,413
G_m^{max} (mS/mm)		134		114

Tableau III-4 : résumé des principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs H₈₀₀ (désoxydation thermique in-situ de référence), H_C (désoxydation chimique ex-situ) et H_{TR2} (désoxydation thermique in-situ sous pression résiduelle d'ammoniac élevée)

L'échantillon H_C dont le substrat Si(111) a été désoxydé chimiquement présente de nombreuses boursoufflures en surface (**Figure III-23**) et n'a donc pas fait l'objet d'un procédé technologique pour la réalisation du transistor. Comme nous le verrons au **paragraphe III22c**, ces boursoufflures ont pour origine une incorporation massive de gallium dans la couche d'AlN intercalaire. Un moyen de s'en affranchir est de réduire l'épaisseur de cette dernière.

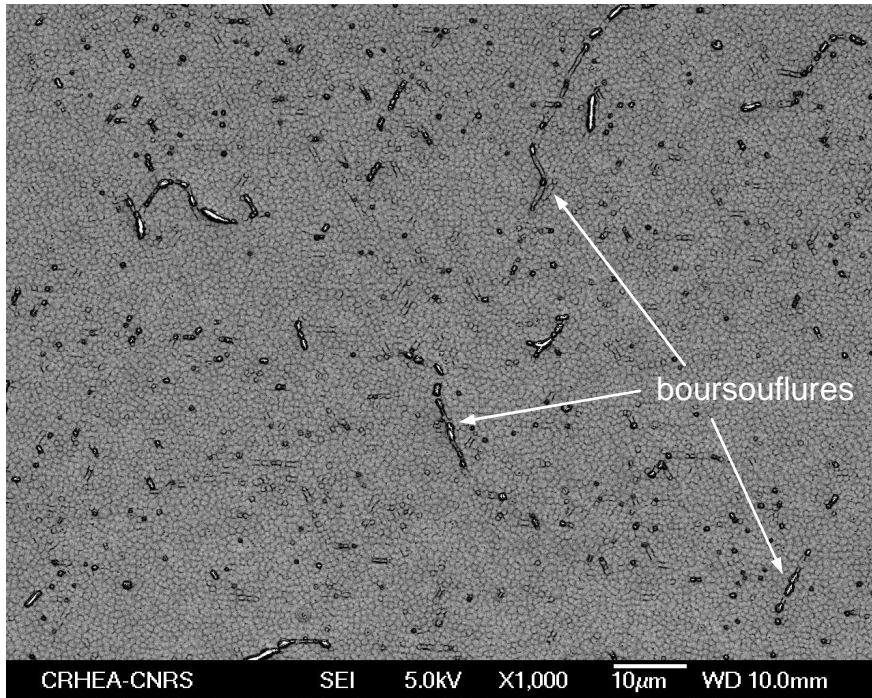


Figure III-23 : image MEB de la surface d'une structure HEMT dont le substrat Si(111) a été désoxydé chimiquement

Notons également que la désoxydation chimique du substrat silicium a un impact important sur la densité de fissures enterrées avec une diminution importante de cette dernière (Figure III-24). Par conséquent, la densité de fissures enterrées semble être liée à la rugosité de surface (*RMS*), ou du moins à la densité de trous, ainsi qu'à l'état de déformation résiduelle de la couche intercalaire GaN. Rappelons également qu'une désoxydation chimique du substrat silicium entraîne une mise en tension plus importante du GaN intercalaire (Tableau III-3). Au paragraphe III22c nous proposerons un scénario pour expliquer l'origine de ces fissures enterrées habituellement observées dans nos structures.

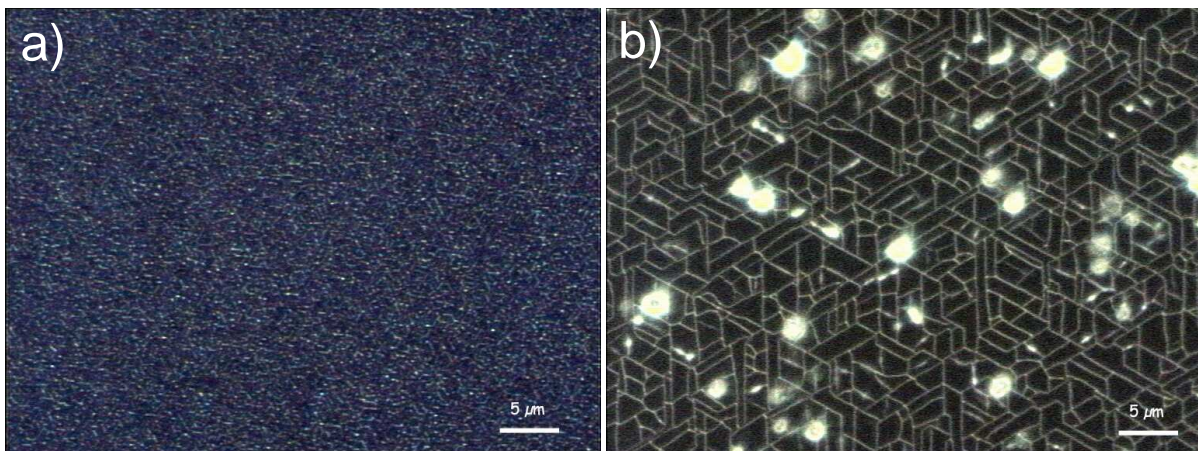


Figure III-24 : réseau de fissures enterrées vu par microscope optique (champ sombre) pour une structure HEMT épitaxiée sur Si(111) : a) désoxydation thermique du substrat, b) désoxydation chimique du substrat. Les tâches blanches sont des défauts de surface (boursoufflures)

c. Fissures enterrées et boursouflures

Les images MEB de la section des structures HEMTs montrent la présence de fissures enterrées dans le GaN intercalaires (**Figure III-25**).

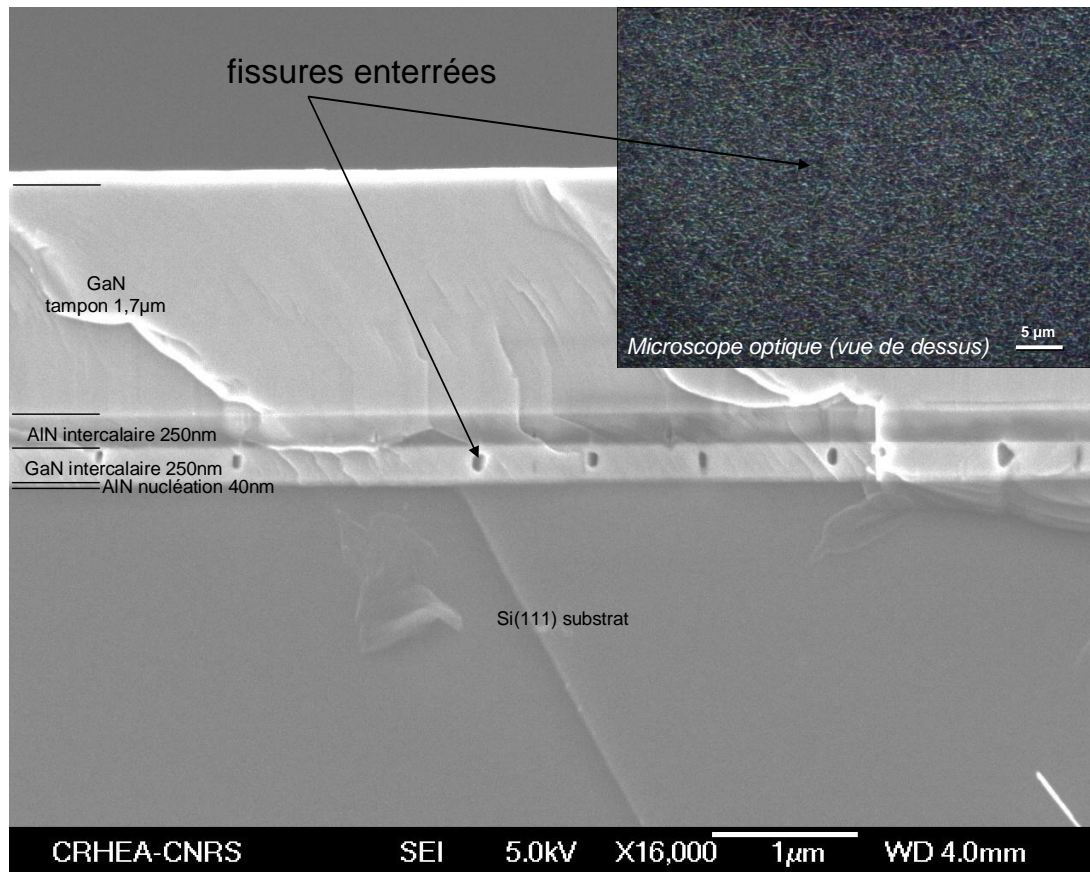


Figure III-25 : image MEB de la section d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN « standard » sur substrat Si(111). En insert est présentée le réseau de fissures enterrées vue de dessus par microscopie optique (champ sombre)

Formation des fissures enterrées

L'origine de ces cavités a été expliquée par J.M Bethoux *et al* [67, 68] dans le cas de couches (Al,Ga)N épitaxiées sur une couche tampon GaN/Saphir par EPVOM : les fissures enterrées seraient la conséquence de la cicatrisation de fissures de surface apparues durant la croissance de l'(Al,Ga)N (relaxation de la contrainte extensive induite par le désaccord paramétrique) et propagées dans le GaN sous-jacent. Ces résultats pourraient dans une certaine mesure être transposés au cas d'un empilement AlN/GaN épitaxié par EJM-NH₃ sur Si(111). Nous pourrions cependant douter de l'apparition de fissures de surface et de la cicatrisation de celles-ci durant la croissance de l'AlN intercalaire. En effet, des reprises de croissance (Al,Ga)N sur des couches épaisses d'AlN intercalaire fissurées (refroidissement post-croissance) ont confirmé l'incapacité de l'(Al,Ga)N EJM-NH₃ à cicatriser ces fissures. J.M. Bethoux *et al* font l'hypothèse de la croissance latérale de l'(Al,Ga)N comme moteur de la cicatrisation des fissures. Dans le cas d'une croissance EJM-NH₃ où la mobilité de l'aluminium en surface est limitée par une température 200°C plus basse que celle utilisée en EPVOM, cette

hypothèse pourrait être recevable que si la fissuration de la couche d'AlN se produit dans les tous premiers stades de sa croissance.

Des études complémentaires seraient nécessaires pour cerner de façon rigoureuse la formation des fissures enterrées. Dans l'état actuel des connaissances, nous proposons le scénario suivant (**Figure III-26**) sur la base d'observations faites par MEB.

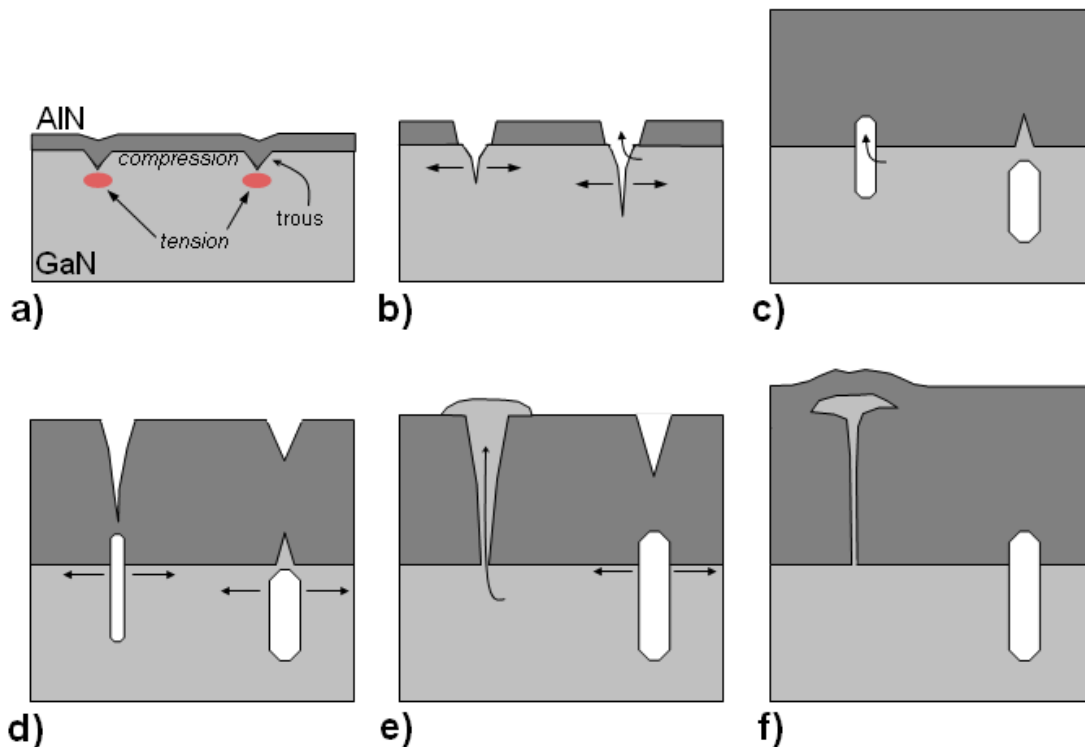


Figure III-26 : schéma illustrant le procédé de croissance de la couche d'AlN intercalaire et le scénario de la formation des fissures enterrées : a) croissance pseudomorphe d'AlN sur GaN, b) génération de fissures au niveau des défauts présents à l'interface AlN/GaN, c) déplacement de matière, incorporation de gallium dans l'AlN et élargissement des fissures, d) propagation des fissures vers la surface et/ou fissuration à partir de la surface d'AlN, e) remontée massive de GaN au niveau du front de croissance, f) cicatrisation des fissures et formation des boursouflures

L'élaboration d'une couche d'AlN en EJM-NH₃ se fait généralement à 900-930°C sous une pression d'ammoniac de 1x10⁻⁵ Torr (débit NH₃ de 200sccm). Dans de telles conditions le GaN s'évapore et une rampe en température est donc nécessaire pour passer de la température de croissance du GaN ($T_{croissGaN}^{\circ} = 800^{\circ}C$) à celle de l'AlN ($T_{croissAlN}^{\circ} = 920^{\circ}C$). La vitesse de croissance de l'AlN est de 0,1 μm/h et l'élévation de la température se fait à raison de 40°C/min. L'épaisseur d'AlN sera donc d'environ 5 nm lorsque la température de 920°C sera atteinte. La couche d'AlN, en tension sur le GaN, relaxe la contrainte extensive au cours de sa croissance via la génération de défauts tels que les dislocations d'interface ainsi que la courbure et l'annihilation (demi-boucles) des dislocations traversantes provenant des couches inférieures (**paragraphe III11b**). Un gradient de contrainte

extensive est donc présent dans cette couche d'AlN intercalaire, et les mesures DRX à 300K montrent un taux de relaxation moyen d'environ 80% pour une épaisseur de 250 nm. L'énergie élastique extensive emmagasinée dans la couche d'AlN augmente avec son épaisseur. Cet effet est visible sur la mesure de courbure *in situ* qui tend vers la concavité à mesure que la couche d'AlN s'épaissit (**Figure III-3**). Il a également été confirmé par des mesures de courbure *ex situ* à température ambiante pour des empilements $\text{AlN}_{x\text{nm}}/\text{GaN}_{250\text{nm}}/\text{AlN}_{40\text{nm}}/\text{Si}(111)$ avec différentes épaisseur d'AlN.

La présence de fissures enterrées dans le GaN sous-jacent ne peut s'expliquer a priori que par la présence d'une contrainte extensive dans le GaN. Or, la croissance d'AlN sur GaN induit la mise en compression du film sous-jacent de GaN (désaccord paramétrique de 2,4% et modèle élastique bicouche **Chapitre I paragraphe I24a**). Rappelons que la mesure de courbure (**Figure III-3**) indique une couche intercalaire de GaN quasi relaxée sur la couche de nucléation d'AlN (faible évolution de la courbure). Les mesures de PL viennent confirmer ce point avec même la mise en tension du GaN intercalaire dans le cas d'une préparation chimique du substrat (**Tableau III-3**). L'hypothèse la plus vraisemblable serait donc que la fissuration du GaN sous-jacent proviendrait de la discontinuité du champ de contraintes à l'interface AlN/GaN. Cette inhomogénéité de la contrainte à l'interface pourrait être induite par la présence de défauts tels que les trous observés à la surface du GaN intercalaire (**Figure III-20**), ce qui corroborerait la corrélation entre les densités de trous et de fissures. Par conséquent, la génération de fissures se ferait préférentiellement au niveau de ces zones « fragiles » (**Figure III-26a**). La contrainte imposée au GaN intercalaire sera d'autant plus forte que l'énergie élastique emmagasinée dans la couche d'AlN sera importante et donc, pour une densité de défauts donnée, que la couche d'AlN sera épaisse. Au-delà d'une épaisseur critique, la formation de fissures devient effective (**Figure III-26b**).

Une incorporation de gallium dans la couche d'AlN intercalaire est fréquemment observée à l'aplomb des fissures enterrées (**Figure III-27**). A la température de croissance de l'AlN (>900°C), le transport de matière dans le GaN intercalaire se trouve favorisé et permettrait ainsi la formation des cavités (**Figure III-26c**). Cette incorporation de gallium dans la couche supérieure a également été observée par J.M Bethoux *et al* [67]. L'épaississement de la couche d'AlN et le transport de matière dans le GaN accentueront donc la formation et la propagation des fissures enterrées, tandis que les fissures de surface seront progressivement cicatrisées.

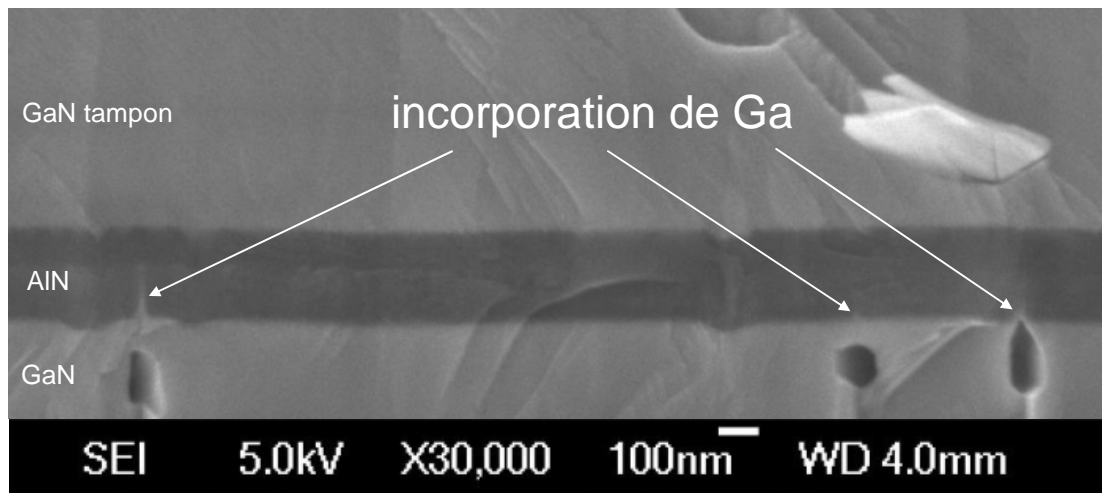


Figure III-27 : image MEB prise sur la tranche d'un empilement GaN_{tampon}/AlN_{250nm}/GaN_{250nm}/AlN_{40nm} sur Si(111). Le changement de contraste dans la couche d'AlN à l'aplomb des fissures enterrées suppose une incorporation de gallium

Formation des boursouflures

La surface d'une couche tampon GaN ou d'une structure HEMT présente parfois des boursouflures (Figure III-28).

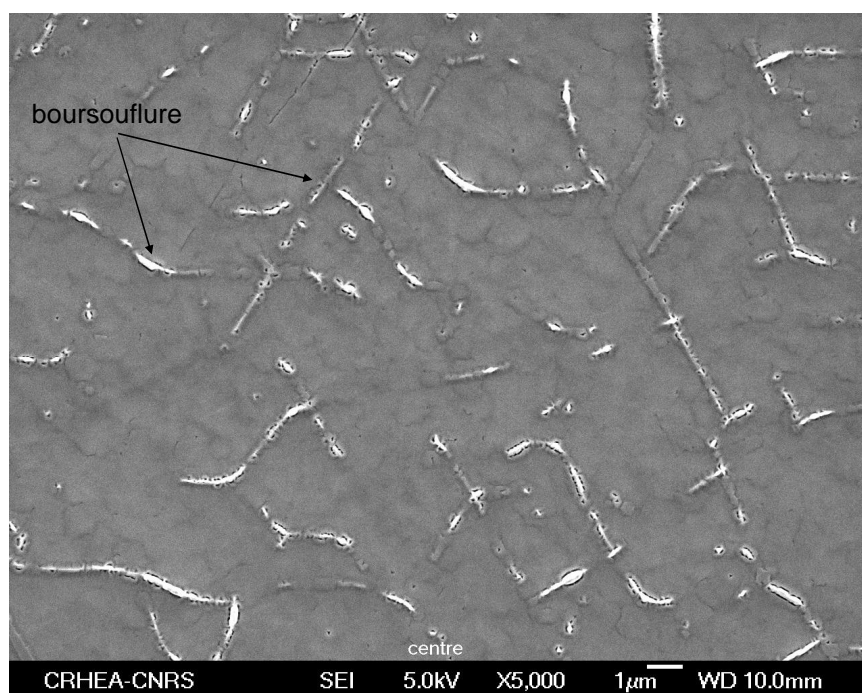


Figure III-28 : surface « boursoufflée » d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN vue au MEB

Comme nous avons pu le voir au **paragraphe III22b**, ces défauts de surface ont été observés dans le cas d'une désoxydation chimique du substrat silicium (Figure III-29a). On les retrouve également dans le cas d'un double empilement AlN/GaN (Figure III-29b et c) ou d'un traitement SiN du GaN intercalaire (transition 3D-2D pour réduire la densité de dislocations traversantes [69] (Figure III-29d). Comme nous pouvons le constater sur ces images MEB, ces défauts de surface sont la

conséquence d'une incorporation massive de gallium dans la couche d'AlN intercalaire (changement de contraste). Un moyen empirique de s'en affranchir est de réduire l'épaisseur de cette dernière.

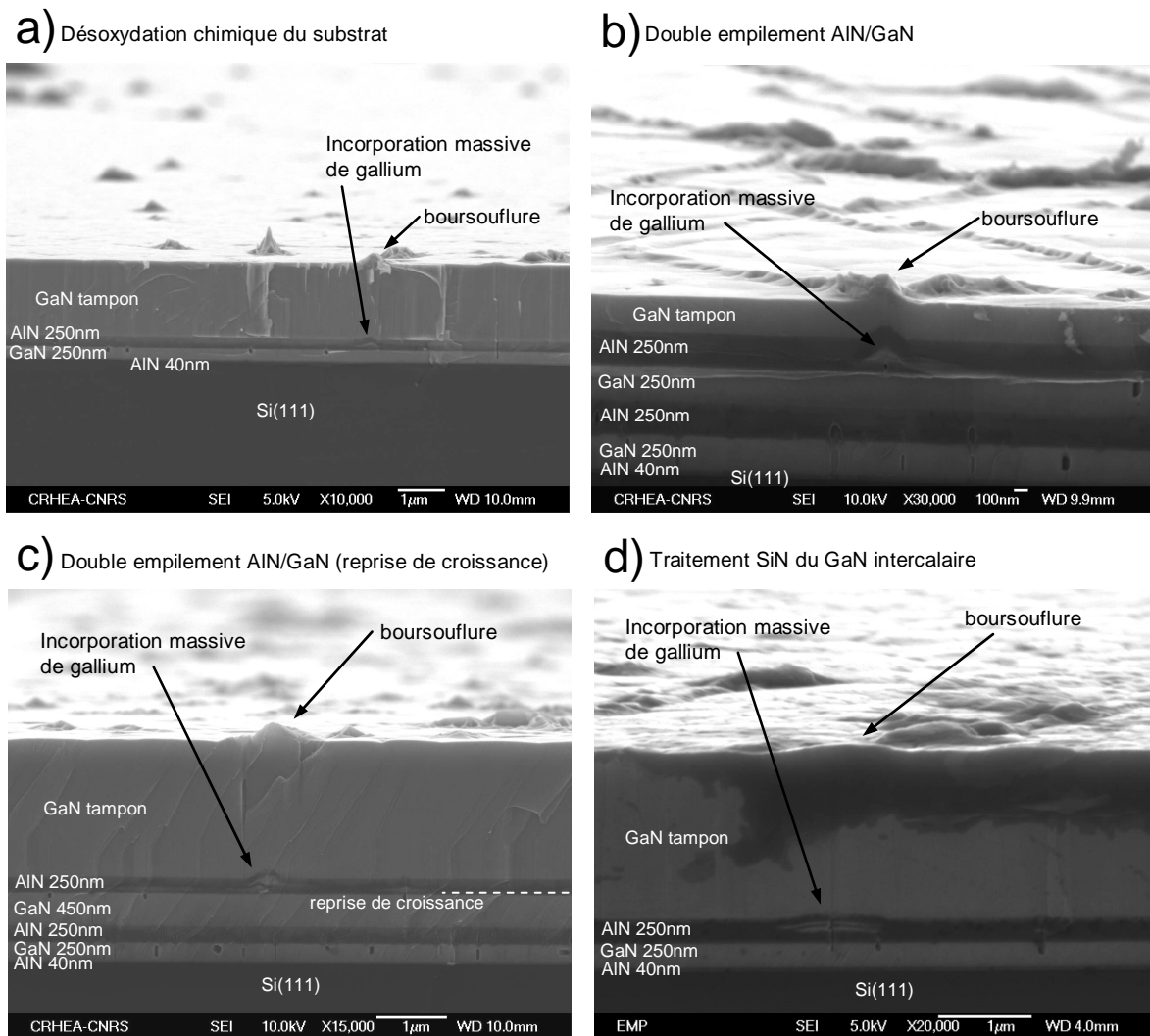


Figure III-29 : image MEB prise sur la tranche : a) empilement simple AlN/GaN avec désoxydation chimique du substrat, b) double empilement AlN/GaN, c) double empilement AlN/GaN avec reprise de croissance au niveau du 2^{ème} AlN, d) empilement simple AlN/GaN avec traitement SiN du GaN intercalaire [69]

Les boursoufflures seraient donc la conséquence d'un cas extrême du scénario proposé plus haut pour la formation des fissures enterrées (**Figure III-26a, b et c**). En effet, il semblerait que les hétérostructures dans lesquelles l'apparition de boursoufflures en surface est constatée, sont celles où le GaN intercalaire est de meilleure qualité structurale d'après la mesure de PL, ou du moins présente une plus faible rugosité de surface (*RMS* et densité de trous). Une diminution de la densité de défauts tels que les dislocations traversantes provenant des couches inférieures ou encore de la densité de trous en surface du GaN intercalaire, entraînerait d'une part une diminution de la vitesse de relaxation de la couche d'AlN et d'autre part une diminution de l'inhomogénéité du champ de contrainte à l'interface AlN/GaN. Au-delà d'une certaine épaisseur d'AlN, la contrainte accumulée dans la couche serait donc

telle qu'elle pourrait entraîner la propagation de certaines fissures vers la surface, voire même la fissuration de la couche d'AlN à partir de sa surface (**Figure III-26d**). Une remontée de gallium peut alors s'opérer au travers des fissures qui traversent l'intégralité de la couche AlN (**Figure III-26e**). Cette arrivée massive de gallium au niveau du front de croissance entraînera une perturbation importante qui ne pourra être « cicatrisée » par les couches (Al,Ga)N épitaxiées par la suite (**Figure III-26f**). Ceci aura pour conséquence la formation des boursouflures en surface de l'hétérostructure.

En diminuant l'épaisseur de la couche d'AlN on réduit l'énergie élastique extensive accumulée et on s'éloigne de la limite de fissuration totale du film AlN. Une autre manière d'éviter la formation des boursouflures serait de remplacer le GaN intercalaire par une couche d'(Al,Ga)N avec un taux d'aluminium de 10-15% par exemple. La différence de paramètre de maille entre les deux couches étant réduite, la couche d'(Al,Ga)N sous-jacent serait par conséquent moins sollicitée par la couche d'AlN.

Nous pouvons voir sur la **Figure III-30a** que dans le cas d'une désoxydation chimique *ex situ*, les boursouflures sont déjà visibles en fin de croissance de l'AlN intercalaire (250 nm). La présence de fissures dites « thermiques » est due à la contrainte extensive générée au cours du refroidissement post-croissance (**Chapitre I paragraphe I23c**). Les fissures enterrées dans le GaN sous-jacent sont également indirectement visibles. En effet, à 10kV le MEB ne peut sonder qu'une profondeur de 10nm et le contraste observé ne peut donc être que topographie à la surface de l'AlN. Nous pouvons remarquer que les boursouflures suivent parfaitement ce réseau sous-jacent. Lorsque l'épaisseur d'AlN est suffisamment diminuée, plus aucune boursouffure n'apparaît (**Figure III-30b**). Dans le cas d'une couche de GaN intercalaire de meilleure qualité structurale, ou du moins présentant une rugosité de surface plus faible (*RMS* et densité de trous), l'épaisseur critique de l'AlN pour la formation des boursouflures se trouve donc en deçà des 250 nm.

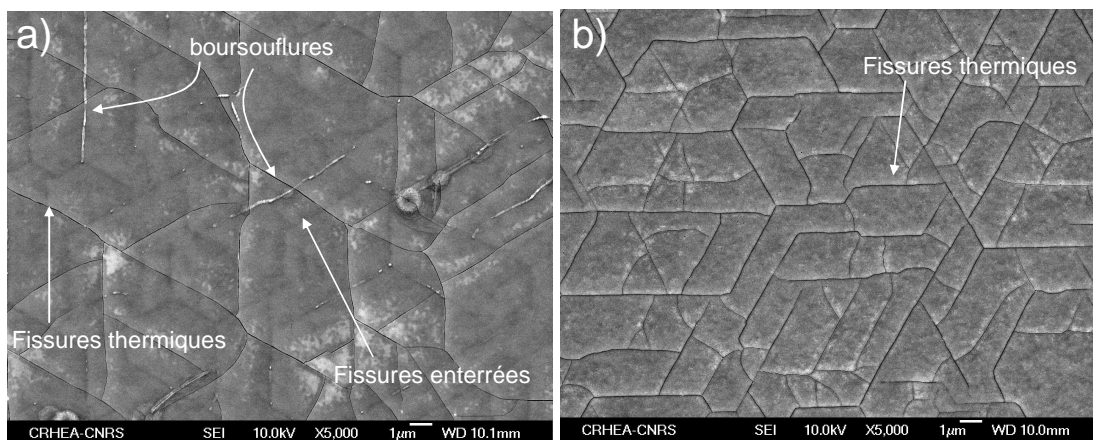


Figure III-30 : image MEB de la surface de l'AlN intercalaire (substrat désoxydé chimiquement) pour une épaisseur d'AlN intercalaire de 250 nm (a) et 100 nm (b)

Dans le cas d'une croissance « standard » d'une structure HEMT avec un empilement $\text{AlN}_{250\text{nm}} / \text{GaN}_{250\text{nm}}$ qui ne conduit pas à la formation de boursouflures, lorsqu'on augmente l'épaisseur de l' AlN intercalaire, on peut dépasser une épaisseur critique pour laquelle des boursouflures apparaissent. Comme le montre la **Figure III-31**, c'est ce qu'on observe pour une couche d' AlN intercalaire de 350 nm.

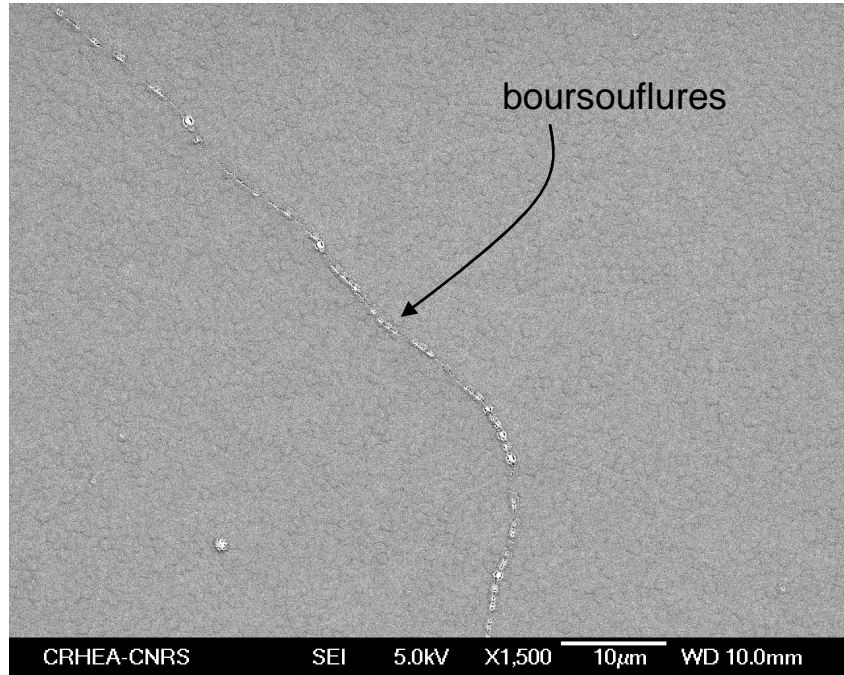


Figure III-31 : image MEB de la surface d'une couche tampon GaN épitaxié sur un empilement $\text{AlN}_{350\text{nm}}/\text{GaN}_{250\text{nm}}/\text{AlN}_{40\text{nm}}$ sur substrat Si(111) désoxydé thermiquement *in situ*

Densité de fissures enterrées

La densité de fissures enterrées semble être liée à la rugosité de surface de la couche intercalaire de GaN, ainsi qu'à son état de déformation résiduel. En effet, l'idée selon laquelle la propagation de fissures et la formation de cavités enterrées se fait préférentiellement au niveau des défauts tels que les trous présents en surface du GaN intercalaire se trouve confirmée par les observations faites au **paragraphe III22b** dans le cas d'une désoxydation chimique du substrat silicium (**Figure III-20 et III-24**).

Une qualité médiocre du GaN intercalaire semblerait donc faciliter la formation des fissures enterrées. Ceci a déjà été observé par Sylvain Joblot [27] pour des empilements AlN/GaN épitaxiés sur substrat Si(001) plus ou moins désorienté, ou encore sur des doubles empilements AlN/GaN sur Si(111) dans lesquels la densité de fissures enterrées était plus faible dans le deuxième GaN intercalaire que dans le premier. En d'autres termes, la densité de fissures enterrées nous renseigne sur la qualité de la couche intercalaire de GaN, ou du moins sur la qualité de sa surface : plus la densité sera faible, meilleure sera la couche.

d. Conclusion

L'influence de l'étape de désoxydation du substrat Si(111) a été étudiée. Nous avons montré que la désoxydation chimique *ex situ* permet de s'affranchir des défauts de surface (cristallites) habituellement observés pour une désoxydation thermique *in situ*, et donc permet de réduire la rugosité de surface du silicium. Au niveau de la structure HEMT, la désoxydation chimique du substrat conduit à une diminution importante de la densité de fissures enterrées, une diminution notable de la densité de dislocations traversantes et un taux de relaxation de la couche tampon GaN moins important. La formation de boursouflures en surface peut être évitée par exemple en diminuant l'épaisseur de la couche d'AlN intercalaire. Au niveau de la couche de GaN intercalaire, la désoxydation chimique du substrat a pour conséquence une diminution importante de la rugosité (*RMS*) de surface, mais son impact sur la densité de dislocations traversantes et sur l'état de déformation résiduel n'est pas clair. Nous avons également montré les conséquences néfastes d'une désoxydation thermique *in situ* sous une pression résiduelle d'ammoniac élevée, avec notamment une augmentation de la densité de dislocations traversantes et une déformation extensive importante des couches superficielles de GaN à température ambiante.

Sur la base d'observations faites par MEB, et dans l'état actuel des connaissances, nous avons tenté d'expliquer l'origine des fissures enterrées et des boursouflures. Les premières sont observées habituellement dans nos structures au niveau du GaN intercalaire, tandis que les deuxièmes apparaissent quelques fois en surface de structures HEMTs. Les fissures enterrées semblent être la conséquence d'une discontinuité du champ de contraintes à l'interface AlN/GaN liée à la présence de défauts d'interface. Les boursouflures quant à elles, seraient la conséquence irréversible de la fissuration de la couche d'AlN intercalaire induit par une amélioration de la qualité structurale du GaN intercalaire sous-jacent. Il s'agirait à présent d'étudier le rôle joué par ces fissures enterrées sur la relaxation des contraintes ainsi que leur impact sur les propriétés électriques de la structure HEMT.

III23. Nucléation de l'AlN sur Si(111)

Nous avons montré précédemment l'influence de l'étape de désoxydation du substrat Si(111) sur la qualité de la couche GaN intercalaire, ainsi que sur l'état de contrainte résiduelle et la densité de dislocations traversantes dans la structure HEMT finale. Dans cette partie nous allons mettre en évidence l'impact de la nucléation de l'AlN sur la qualité structurale et électrique des HEMTs.

a. Procédure « standard » de nucléation d'AlN

Cette procédure est décrite en détail dans la thèse d'Arnaud Le Louarn [70]. Précisons que le substrat de silicium est désoxydé thermiquement *in situ*.

La nucléation d'AlN sur Si(111) correspond à l'exposition de la surface de Si(111) à environ 2 Langmuir* (1×10^{-6} Torr pendant 2s) de NH_3 à 600°C suivie d'un palier de quelques secondes à 780°C et au dépôt à 600°C de 1 monocouche (Mc) d'Al suivi d'un recuit à 625°C . Il s'en suit la croissance de la couche de nucléation AlN (40nm) à 650°C avec une augmentation de la température jusqu'à 920°C pendant les premiers nanomètres.

*Le Langmuir est une mesure de l'exposition d'une surface à un gaz. En faisant l'hypothèse d'un coefficient de collage égal à 1 pour les molécules du gaz qui arrivent en surface, 1 Langmuir (1L) entraîne le recouvrement de la surface exposée par une monocouche de molécule du gaz adsorbée à la surface. Dans le cas d'une croissance EJM- NH_3 , exposer une surface à une pression de gaz de 1×10^{-6} Torr pendant 2 secondes correspond à 2L ($1 \text{ Langmuir} = 1 \times 10^{-6} \text{ Torr.s} = 1,333 \times 10^{-6} \text{ mbar.s}$).

Nitruration du substrat à 600°C

L'objectif de la nitruration basse température est de « passiver » la surface Si(111) de telle sorte que la formation éventuelle d'un alliage Al-Si soit évitée. L'exposition de Si(111) à l'ammoniac (2L) entraîne la disparition de la reconstruction Si(111)- 7×7 observée en RHEED (**Figure III-32a et b**). Cette disparition est la conséquence d'une chimisorption d'espèces NH_x , et H résultant de la dissociation de la molécule NH_3 à la surface (passivation). Seules les raies de diffraction d'ordre entier de Si(111) persistent.

Recuit à 780°C

L'objectif du palier à 780°C est de favoriser la dissociation de NH_3 pour obtenir un « réservoir » d'atomes N en surface (dissociation de NH_3 et chimisorption de radicaux H, NH et NH_2). En effet, le NH_3 sous forme moléculaire n'a été observé sur Si(111)- 7×7 qu'en dessous de 200K [71]. Au-delà de cette température, l'interaction entre NH_3 et la surface de Si(111) entraîne selon Tanaka et al. [72] sa dissociation en espèces NH_2 et H et donc la formation de liaisons telles que Si- NH_2 et Si-N. L'augmentation de la température entraîne donc la réaction entre les atomes Si et les radicaux NH_x , les atomes H étant désorbés, et conduit à la formation de petites zones nitrurées Si_3N_4 non coalescées et réparties de façon homogène sur toute la surface. Une reconstruction complexe $8/3 \times 8/3$ incommensurable avec les raies d'ordre entier de Si(111) apparaît sur le diagramme de RHEED vers 750°C et s'intensifient pendant le palier (**Figure III-32c**). C'est la présence des zones nitrurées Si_3N_4 qui empêche les atomes Si en excès de former des domaines 7×7 .

Dépôt d'1 Mc d'Al à 600°C puis recuit à 625°C

L'objectif du dépôt de 1Mc d'Al est d'obtenir la nucléation d'AlN. La reconstruction $8/3 \times 8/3$ disparaît et les raies 1×1 de l'AlN apparaissent (environ 20% de désaccord paramétrique avec les raies de Si(111) de volume), sans que les raies 1×1 du Si(111) ne disparaissent (**Figure III-32d**). L'Al

réagit avec les atomes N du nitrure Si_3N_4 formé à l'étape précédente, et les îlots d'AlN ainsi formés sont en relation épitaxiale avec le Si(111). Il existe une relation de coïncidence dite « 4/5 » entre les paramètres de maille dans le plan de l'AlN et du Si(111) ($a_{\text{AlN}(0001)} / \{b_{\text{Si}(111)} = a_{\text{Si}} / \sqrt{2}\} = 4/5$) [73]. La formation d'AlN résultant de la réduction par l'Al des zones nitrurées, l'AlN formé adopte la même répartition à la surface que les zones nitrurées. Des images MET en section transverse viennent confirmer l'absence d'une couche Si_3N_4 à l'interface AlN/Si(111).

Remarque : le dépôt de l'aluminium en premier, avant l'étape de nitruration du substrat, a été étudié par Arnaud Le Louarn [74] : ce procédé conduit à la formation d'AlN amorphe.

Croissance de la couche AlN (40nm)

L'objectif est d'obtenir une couche épitaxiale d'AlN de bonne qualité cristalline. Durant la montée en température de 625°C à 920°C, le diagramme du RHEED flou et marqué traduit une faible mobilité de l'Al en surface et un front de croissance rugueux. Au-delà d'une température de 800°C le front de croissance s'améliore et le diagramme de RHEED est celui attendu pour une croissance 2D (Figure III-32e).

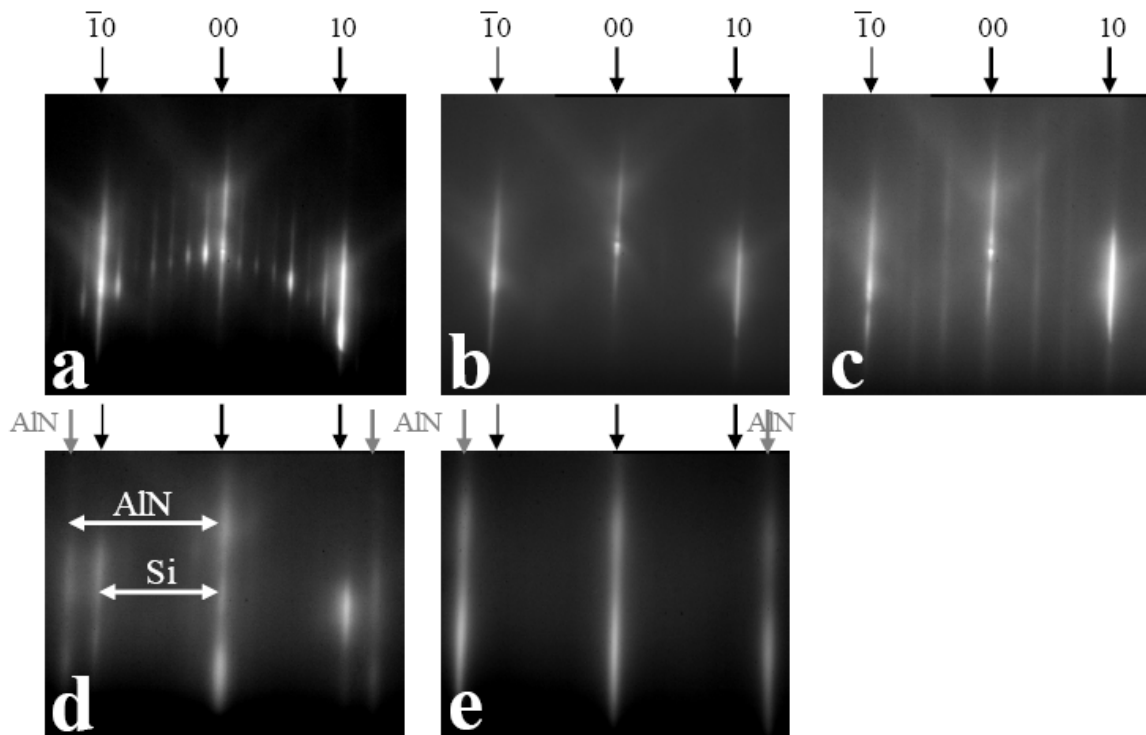


Figure III-32 [75] : diagramme de RHEED selon $\langle -110 \rangle$ au cours de la phase de nucléation et de croissance de la couche d'AlN (l'énergie des électrons est de 15 keV) : a) reconstruction 7x7 du Si(111) b) nitruration du substrat (2L de NH_3 à 600°C) et disparition de la reconstruction 7x7 c) recuit à 780°C et apparition de la reconstruction 8/3x8/3 vers 750°C d) dépôt de 1 Mc d'Al à 600°C et apparition des raies associées à la diffraction 1x1 de l'AlN (flèches grises) coexistant avec la 1x1 du Si(111) (flèches noires) e) réflexion 1x1 de l'AlN à 920°C

b. Variantes de la procédure de nucléation d'AlN

Nous avons fait varier principalement l'étape de nitruration du substrat (quantité d'ammoniac et température), l'étape du recuit après nitruration et le rapport V/III durant la croissance de la couche de nucléation AlN. Nous avons étudié leur impact sur les propriétés structurales et électriques des structures HEMTs. Comme nous pouvons le voir sur la **Figure III-33** (carrés noirs), l'étape de la nucléation de l'AlN sur le substrat Si(111) joue un rôle important sur la densité de dislocations traversantes et donc sur l'état de contrainte résiduel de la couche de GaN finale.

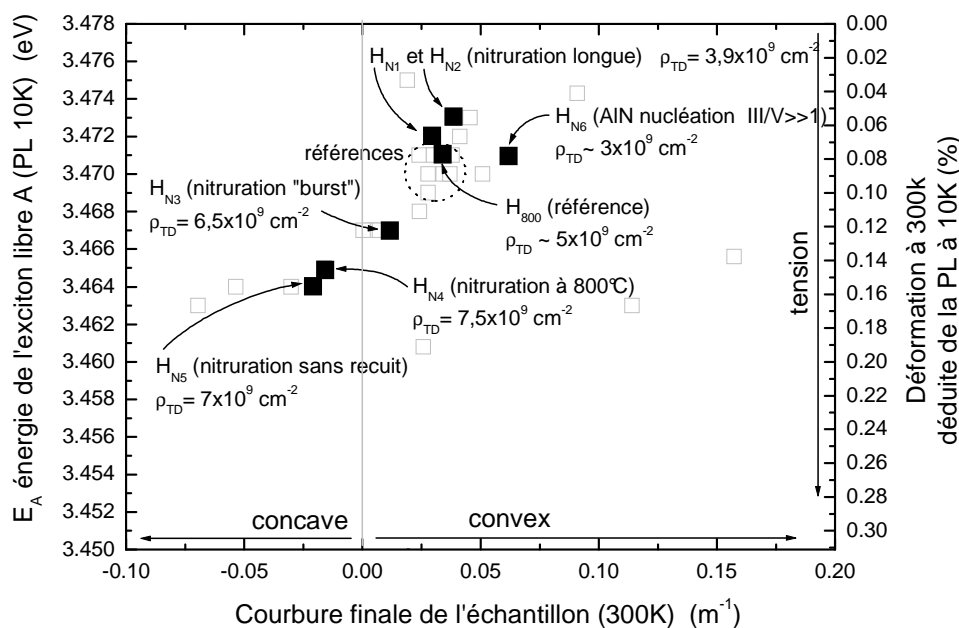


Figure III-33 : énergie de l'exciton libre A du GaN (E_A) mesurée par photoluminescence à basse température (PL 10K) et la déformation biaxiale (ϵ_{xx}) déduite à température ambiante (300K) selon l'équation I-18 (Chapitre I), en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante (300K). Les densités de dislocations (ρ_{TD}) données ont été mesurées par MFA

Les conditions de nucléation et les principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs présentées à la **Figure III-33** (H₈₀₀, H_{N1}, H_{N3}, H_{N4}, H_{N5} et H_{N6}) sont respectivement présentées dans le **Tableau III-5a et III-5b** ci-dessous. Nous allons discuter en détail chacune des modifications de la procédure de nucléation de l'AlN sur Si(111) se rattachant à chacun de ces échantillons.

	H ₈₀₀	H _{N1}	H _{N3}	H _{N4}	H _{N5}	H _{N6}
Nitruration du substrat						
Température (°C)	600	600	600	800	600	600
Temps de nitruration (s)	2	30	2	2	2	2
Flux NH ₃ (sccm)	3	3	*	3	3	3
Pression NH ₃ (Torr)	1x10 ⁻⁶	1x10 ⁻⁶	> 1x10 ⁻⁵	1x10 ⁻⁶	1x10 ⁻⁶	1x10 ⁻⁶
Recuit (°C)	780	780	780	non	non	780
Dépôt de 1 Mc d'Al						
Température (°C)	600	600	600	600	600	600
Recuit (°C)	625	625	625	625	625	625
Croissance AlN						
Rampe température (°C)	625→920	625→920	625→920	625→920	625→920	625→920
Flux NH ₃ (sccm)	200	200	200	200	200	10
P _{NH3} (Torr)	1x10 ⁻⁵	1x10 ⁻⁵	1x10 ⁻⁵	1x10 ⁻⁵	1x10 ⁻⁵	6,5x10 ⁻⁶

*remplissage en statique de la ligne de gaz NH₃ pendant 10min avant l'ouverture de l'injecteur pendant 2s avec un débit de 3 sccm, ce qui correspond à une quantité d'ammoniac d'environ 30cc.

Tableau III-5a : résumé des conditions de nucléation des structures HEMTs H₈₀₀, H_{N1}, H_{N3}, H_{N4}, H_{N5} et H_{N6}. Les cases grisées font apparaître les modifications faites par rapport à la référence H₈₀₀

	H ₈₀₀	H _{N1}	H _{N3}	H _{N4}	H _{N5}	H _{N6}
$\frac{MFA}{OTD}$ (cm ⁻²)	5x10 ⁹	3,8x10 ⁹	6,5x10 ⁹	7,5x10 ⁹	7x10 ⁹	3x10 ⁹
LMH(0002) $\frac{DRX}{GaIn}$ (arcsec)	1080	738	-	740	674	695
LMH(30 32) $\frac{DRX}{GaIn}$ (arcsec)	1890	1815	-	2195	2183	1868
N_S^{CV} (cm ⁻²)	8,20x10 ¹²	7,35x10 ¹²	8,03x10 ¹²	8,05x10 ¹²	8,51x10 ¹²	9,26x10 ¹²
N_S^{H2N} (cm ⁻²)	9,47x10 ¹²	8,50x10 ¹²	8,80x10 ¹²	8,30x10 ¹²	8,32x10 ¹²	9,30x10 ¹²
N_{dmin}^{CV} (cm ⁻³)	2,9x10 ¹⁴	1,9x10 ¹⁴	2,23x10 ¹⁴	1,2x10 ¹⁴	1,2x10 ¹⁴	2,4x10 ¹⁴
R_c (Ohm.mm)	0,51	0,86	0,60	0,90	0,75	0,48
R_{sk} (Ohm.sqr)	357	367	403	400	397	363
R_{tampon} (V = 10V) (Ohm)	1,68x10 ⁷	5,53x10 ⁶	9,94x10 ⁵	1,70x10 ⁷	3,85x10 ⁶	2,05x10 ⁶
Transistor $W_g = 150 \mu m$	L_g (μm)	2	2	2	2	3
	D_{sd} (μm)	9	9	10	9	10
V_p (V)	-4,7	-4,8	-4,6	-4,5	-4,6	-4,9
I_{gs}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - V$)	4,16x10 ⁻⁵	1,98x10 ⁻⁵	3,77x10 ⁻⁵	7,96x10 ⁻⁶	3,35x10 ⁻⁶	6,32x10 ⁻⁶
I_{ds}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$ et $V_{ds} = 10V$)	8,75x10 ⁻⁵	1,08x10 ⁻⁴	2,78x10 ⁻⁴	3,65x10 ⁻⁵	8,13x10 ⁻⁶	1,71x10 ⁻⁴
I_{dss} (A/mm) ($V_{gs} = 0V$)	0,505	0,263	0,422	0,366	0,361	0,422
G_m^{max} (mS/mm)	134	67	112	102	98	109

Tableau III-5b : résumé des principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs H₈₀₀, H_{N1}, H_{N3}, H_{N4}, H_{N5} et H_{N6}

Temps de nitruration du substrat

Les échantillons H_{N1} et H_{N2} consistent à exposer le substrat Si(111) à un temps de nitruration 15 fois plus long (30L) que dans le cas standard (2L). Le temps d'exposition du substrat Si(111) à l'ammoniac ne semble avoir qu'un faible effet sur la densité finale de dislocations traversantes et sur l'état de contrainte de la structure HEMT (**Figure III-33**). Comme on peut le voir dans le **Tableau III-5b**, le courant de fuite de tampon I_{ds}^{fuite} de l'échantillon H_{N1} n'est que légèrement supérieur à celui mesuré sur la structure HEMT de référence H_{800} , mais la résistance de la couche tampon R_{tampon} est 3 fois plus faible que celle observée pour H_{800} .

Le temps de nitruration semble avoir un impact sur la densité de fissures enterrées. En effet, une nitruration plus « longue » (30L) entraîne une diminution de la densité de fissures enterrées (**Figure III-34**).

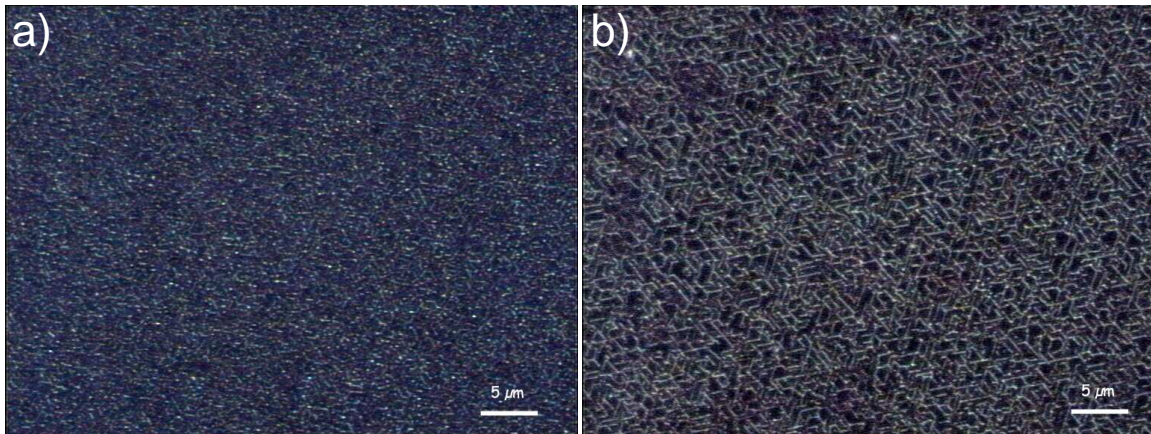


Figure III-34 : réseau de fissures enterrées vu par microscope optique (champ sombre) : a) structure HEMT référence (échantillon H_{800}), b) structure HEMT dont le substrat a été nitruré 15 fois plus longtemps (échantillon H_{N1})

Nous avons vu au **paragraphe III22** que la densité de fissures enterrées pourrait être reliée à la rugosité de surface du GaN intercalaire (RMS et densité de trous) ainsi qu'à son état de déformation résiduel à température ambiante (ε_{xx} à 300K déduit de la mesure PL à 10K). Cependant, dans le cas présent, la densité de trous en surface du GaN intercalaire reste identique quel que soit le temps de nitruration. (**Figure III-35** et **Tableau III-6**). En revanche, le temps de nitruration semble avoir un impact notable sur la largeur à mi-hauteur (LMH) du pic du bord de bande mesuré en photoluminescence (PL) à 10K ainsi que sur l'état de déformation biaxiale résiduel ε_{xx} (**Tableau III-6**).

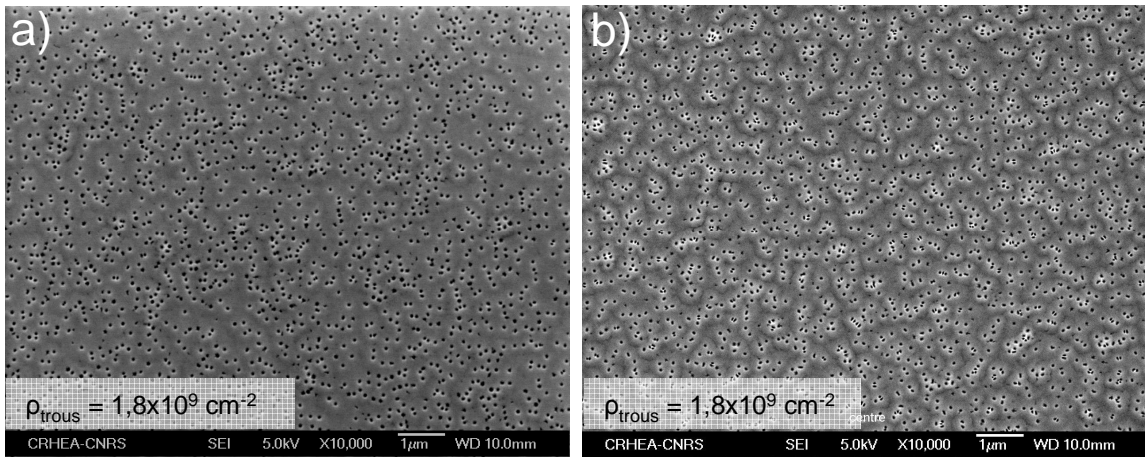


Figure III-35 : image MEB de la surface du GaN intercalaire (250nm) : a) substrat Si(111) exposé à 2L d’ammoniac, b) substrat Si(111) exposé à 30L d’ammoniac

La densité de dislocations traversantes et le gradient de déformation dans la couche de GaN contribuent tous deux à l’élargissement du bord de bande. Cependant, la densité trop importante de trous nous empêche d’obtenir des images MFA suffisamment correctes pour un comptage des dislocations traversantes. Par conséquent nous n’avons pu estimer l’effet du temps de nitruration sur la densité de dislocations traversantes au niveau du GaN intercalaire. Nous avons vu néanmoins que l’absence de cristallites dans le cas d’une désoxydation chimique du substrat (**paragraphe III22b**) ne semblait pas avoir de conséquence sur la *LMH* de la raie asymétrique (30-32) du GaN intercalaire mesurée en DRX et reliée à la densité de dislocations traversantes de type *a* (**Figure III-7**). Nous pouvons donc présumer qu’il en est de même ici. Au vu de l’évolution de la contrainte biaxiale ϵ_{xx} , l’élargissement de la *LMH* du pic du bord de bande avec la diminution du temps de nitruration pourrait être dû à une modification du gradient de déformation. Une couche GaN intercalaire qui relaxe moins vite (ϵ_{xx} plus faible à 300K) aura donc tendance à avoir un réseau de fissures moins dense. Ceci est en contradiction avec les observations faite dans le cas d’une désoxydation chimique (**paragraphe III22b**). Le taux de couverture des zones nitrurés à la surface du silicium dépend de la quantité d’ammoniac apportée au cours de l’étape de nitruration. La densité de trous dans le GaN intercalaire étant identique, l’augmentation de la quantité de NH_3 ne jouerait pas sur la rugosité du substrat (cristallites) mais plutôt améliorerait l’homogénéité des zones nitrurées. La question que l’on peut alors se poser est de savoir si la reconstruction 7×7 après désoxydation chimique est comparable à celle observée après la désoxydation thermique « standard ».

Nitruration à 600°C (Langmuir)	1L	2L	30L
$\rho_{\text{trous}}^{\text{MB}}$ (cm ⁻²)	2x10 ⁹	1,8x10 ⁹	1,8x10 ⁹
LMH_{PL}^{10K} (meV)	52	41	40
ϵ_m à 300K (déduit de la PL à 10K) (%)	0,40	0,33	0,24
R à 10V (Ohm)	5,48x10 ⁶	1,30x10 ⁷	4,41x10 ⁷

Tableau III-6 : principales caractéristiques du GaN intercalaire pour différents temps de nitruration du substrat Si(111) à 600°C

Les mesures d'isolation nous montrent que l'empilement GaN_{250nm}/AlN_{40nm}/Si(111) est plus résistif dans le cas d'une nitruration « longue » de 30L ($R = 4,41 \times 10^7$ Ohm) que dans le cas d'une nitruration « standard » de 2L ($R = 1,30 \times 10^7$ Ohm) (**Tableau III-6**). La résistivité des couches épitaxiées semble donc être liée au temps de nitruration. Le courant de fuite trouverait donc plus son origine dans la qualité de l'interface AlN/Si(111) que dans la densité de trous, ces derniers favorisant le contact électrique avec l'interface.

L'échantillon H_{N3} consiste à exposer toujours à 600°C la surface du substrat Si(111) à une quantité d'ammoniac importante ($P > 1 \times 10^{-5}$ Torr) mais dans un temps très court (pendant 2s). Ceci est obtenu en réalisant un remplissage de la ligne de gaz ammoniac pendant une dizaine de minutes avant l'ouverture de l'injecteur dans la chambre de croissance. Il semblerait qu'une telle procédure soit néfaste tant pour les propriétés structurales que électriques (**Tableau III-5b**). Nous pouvons en effet imaginer dans ce cas une nitruration de la surface du substrat silicium moins homogène avec une incorporation d'impuretés plus importante du fait du remplissage de la ligne de gaz. L'augmentation de la résistance de feuille R_{sh} traduit l'influence néfaste qu'ont les dislocations traversantes sur les propriétés de transport du 2DEG. Remarquons que malgré l'augmentation de la densité de dislocations émergentes à la surface de la structure HEMT H_{N3} ($\rho_{TD} = 6,5 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ mesuré par MFA), le courant de fuite de drain est 3 fois plus important ($I_{ds}^{fuite} = 2,78 \times 10^{-4}$ A/mm) et la résistance des couches tampons est 10 fois plus faible ($R_{tampon} = 9,94 \times 10^5$ Ohm), comparés à la structure de référence H₈₀₀ ($I_{ds}^{fuite} = 8,75 \times 10^{-5}$ A/mm et $R_{tampon} = 1,68 \times 10^7$ Ohm). En revanche, le courant de fuite de grille I_{gs}^{fuite} et la densité de donneurs résiduelle $N_{d \min}^{CV}$ demeurent comparables à ceux de la structure H₈₀₀.

Température de nitruration et palier de recuit

L'échantillon H_{N4} consiste à exposer la surface de Si(111) à 2L d'ammoniac à une température de 800°C au lieu de 600°C. Les effets liés à l'exposition de Si(111) à NH₃ directement à 800°C sont différents de ceux observés lors de l'exposition à 600°C suivie d'un palier à 780°C. En effet, lors de l'exposition de Si(111) à NH₃ à 800°C, la reconstruction 7x7 disparaît et on observe l'apparition des raies de diffraction de la reconstruction 8/3x8/3. Des images STM (microscope à effet tunnel) témoignent de la présence d'une reconstruction 8/3x8/3 à la surface [76-80].

La nitruration à 800°C rejoint les observations faites au **paragraphe III22a** concernant la nitruration haute température au cours de la désoxydation thermique *in situ* du substrat Si(111) en présence d'un important résiduel ammoniac dans la chambre de croissance.

L'échantillon H_{N5} consiste à ne pas effectuer l'étape du recuit à 780°C après l'étape de nitruration du substrat à 600°C. Dans ce cas, la dissociation des molécules NH₃ n'est pas favorisée et la réaction entre les atomes Si et les radicaux NH_x s'en trouve réduite de même que la formation de petites zones nitrurées réparties de façon homogène sur la surface du substrat silicium. Par conséquent, l'apparition de la reconstruction de surface complexe 8/3x8/3 n'apparaît que très faiblement sur le diagramme de RHEED.

Que la réaction de décomposition de NH₃ soit importante (échantillon H_{N4}) ou faible (échantillon H_{N5}), nous constatons une augmentation de la densité de dislocations traversantes et de la déformation biaxiale extensive de la couche tampon GaN à température ambiante (**Figure III-33**). Cette dégradation de la qualité structurale des couches épitaxiées est confirmée par l'élargissement de la *LMH* de la raie asymétrique (30-32) du GaN mesurée par DRX, ainsi que par l'augmentation de la résistance de feuille R_{sh} (**Tableau III-5b**). Comparé à l'échantillon de référence H₈₀₀, nous pouvons noter une diminution significative des courants de fuite de tampon I_{ds}^{fuite} (3,65x10⁻⁵ A/mm pour H_{N4} et 8,13x10⁻⁶ A/mm pour H_{N5}) et de grille I_{gs}^{fuite} (7,96x10⁻⁶ A/mm pour H_{N4} et 3,35x10⁻⁶ A/mm pour H_{N5}), ainsi que de la densité de donneurs résiduelle N_{dmin}^{CV} (1,2x10¹⁴ cm⁻³). Cependant, les résistances des couches tampon R_{tampon} sont comparables (1,70x10⁷ Ohm pour H_{N4}) voire plus faibles (3,85x10⁶ Ohm pour H_{N5}) que celle observée pour la structure de référence H₈₀₀ (1,68x10⁷ Ohm). Précisons qu'une nitruration sans recuit à 780°C conduit sans doute à une quantité de liaisons Si-NH_x plus faible et pourrait alors favoriser l'incorporation de silicium au moment de la croissance de la couche de nucléation AlN.

La désoxydation chimique du substrat nous offre la possibilité de nitrurer la surface de silicium sans que celle-ci ne soit reconstruite Si(111)-7x7. En effet, dans le cas d'un substrat Si(111) désoxydé chimiquement *ex situ*, la surface est passivée hydrogène et le diagramme de RHEED nous montre la reconstruction 1x1 du silicium. La reconstruction de surface 7x7 n'apparaîtra qu'au-delà d'une température de 700°C sous vide dans la chambre de croissance, une fois les atomes d'hydrogène désorbés. L'idée était donc de chauffer le substrat Si(111) sous flux d'ammoniac, sans attendre l'apparition de la reconstruction 7x7. Nous résumons dans le **Tableau III-7** ci-dessous les différentes étapes de la nitruration (échantillon B) :

Etape		Température	Pression	RHEED
1	Introduction dans la chambre de croissance du substrat désoxydé chimiquement <i>ex situ</i>	ambiante	5×10^{-9} Torr	1x1 du Si(111)
2	Nitruration du substrat (débit $\text{NH}_3 = 2$ sccm)	500°C	2×10^{-7} Torr	1x1 du Si(111)
3	Recuit sous NH_3 (10 min)	720°C	3×10^{-7} Torr	1x1 du Si(111)
4	Coupure de l'ammoniac	720°C	-	1x1 du Si(111)
5	1 monocouche d'Al (10s)	720°C	5×10^{-8} Torr	1x1 du Si(111) 1x1 de l'AlN
6	Croissance AlN (40 nm)	900°C	1×10^{-5} Torr	1x1 de l'AlN
7	Croissance GaN (250 nm)	800°C	1×10^{-5} Torr	1x1 du GaN

Tableau III-7 : résumé des différentes étapes de la croissance pour la réalisation de l'échantillon B

La couche de nucléation AlN a donc été épitaxiée sur une surface Si(111) qui n'a présenté ni la reconstruction 7×7 , ni la reconstruction complexe $8/3 \times 8/3$. Comme nous le montre le **Tableau III-8**, comparé à une procédure de nucléation « standard » dans le cas d'un substrat désoxydé chimiquement (échantillon A), la procédure utilisée pour l'échantillon B ne modifie pas de façon drastique la déformation biaxiale ε_{xx} de la couche GaN intercalaire mesurée par DRX à température ambiante, contrairement à la *LMH* du pic de bord de bande du GaN. L'échantillon B présente sans doute une densité de dislocations traversantes plus élevée.

GaN _{250nm} /AlN _{40nm} /Si(111) _{HF last}	A	B
$\rho_{\text{trous}}^{\text{MEB}}$ (cm ⁻²)	2×10^7	$2,7 \times 10^7$
$\rho_{\text{TD}}^{\text{AFM}}$ (cm ⁻²)	$6,2 \times 10^{10}$	dislocations invisibles
<i>RMS</i> (nm)	0,8	0,9
<i>LMH</i> _{PL} ^{10K} (meV)	25	37
ε_{xx} à 300K (déduit de la PL à 10K) (%)	0,53	0,47

Tableau III-8 : principales caractéristiques du GaN intercalaire pour un empilement GaN_{250nm}/AlN_{40nm}/Si(111)_{HF last} dans le cas d'une procédure « standard » de nucléation d'AlN (échantillon A) et dans le cas de la procédure décrite au Tableau III-7 (échantillon B)

Rapport V/III durant la croissance de l'AlN

L'échantillon H_{N6} consiste à diminuer le rapport V/III durant la croissance de la couche de nucléation AlN. L'objectif est de favoriser la mobilité des atomes d'aluminium en surface. Après 5 minute de croissance (~8 nm d'AlN pour une vitesse de croissance de 0,1 $\mu\text{m/h}$), le débit d'ammoniac a donc été réduit pour passer de 200 sccm à 10 sccm, ce qui équivaut à une pression d'ammoniac dans la chambre de croissance de $6,5 \times 10^{-6}$ Torr au lieu des 1×10^{-5} Torr habituels.

La diminution du rapport V/III au cours de la croissance de la couche de nucléation AlN ne semble avoir qu'un faible effet sur la densité de dislocations traversantes ($\rho_{\text{TD}}^{\text{MFA}}$ et *LMH*($30\bar{3}2$)_{GaN}^{DRX}

Tableau III-5b) et sur la déformation résiduelle du GaN superficiel (ϵ_{xx} **Figure III-33**). Notons également qu'aucune modification de la densité de fissures enterrées n'a été observée. Comparé à la structure HEMT standard H₈₀₀, l'échantillon H_{N6} présente de moins bonnes propriétés d'isolation des couches tampon avec un courant de fuite 2 fois plus élevé ($I_{ds}^{fuite} = 1,71 \times 10^{-4}$ A/mm) et une résistance R_{tampon} 10 fois plus faible (**Tableau III-5b**).

Le **Tableau III-9** ci-dessous résume les principales caractéristiques structurales du GaN intercalaire dans le cas d'un empilement GaN_{250nm}/AlN_{40nm}/Si(111) pour 2 débits d'ammoniac différents durant la croissance de la couche AlN. Les deux types de désoxydation (thermique et chimique) sont représentés. La diminution du débit d'ammoniac durant la croissance de la couche de nucléation AlN ne modifie en rien les propriétés structurales de la couche GaN intercalaire. Notons tout de même que dans le cas d'une désoxydation chimique du substrat, la déformation biaxiale ϵ_{xx} du GaN intercalaire mesurée par DRX à température ambiante diminue avec le débit d'ammoniac. La densité de dislocations n'évoluant que très peu, la couche de GaN intercalaire relaxerait moins rapidement la contrainte compressive dans le cas d'une couche AlN réalisée avec un débit d'ammoniac plus faible. Du fait d'une mobilité des espèces en surface favorisée, la couche de nucléation AlN pourrait présenter dans ce cas une surface moins rugueuse et/ou des grains mieux coalescés, ce qui améliorerait la croissance du GaN alors plus contraint.

GaN _{250nm} /AlN _{40nm} /Si(111)	désoxydation thermique (in situ)		désoxydation chimique (HF last)	
	200	10	200	10
débit NH ₃ pour la croissance AlN (sccm)	200	10	200	10
ρ_{trous}^{MFB} (cm ⁻²)	1,8x10 ⁹	1,8x10 ⁹	2x10 ⁷	9,3x10 ⁶
ρ_{TD}^{MFA} (cm ⁻²)	impossible (trous)	impossible (trous)	6,2x10 ¹⁰	6,6x10 ¹⁰
RMS (nm)	8	7,9	0,8	1
LMH_{PL}^{10K} (meV)	41	43	25	22
ϵ_{xx} à 300K (déduit de la PL à 10K) (%)	0,33	0,28	0,53	0,18

Tableau III-9 : principales caractéristiques du GaN intercalaire pour deux débit d'ammoniac différent durant la croissance de l'AlN, dans le cas d'une désoxydation thermique ou chimique du substrat Si(111)

Remarque : dans le cas du GaN, nous avons observé au RHEED une rugosification du front de croissance avec la diminution du rapport V/III. N. Grandjean *et al* [81] ont montré qu'une diminution du rapport V/III au cours de la croissance EJM-NH₃ d'une couche GaN entraînait une augmentation de la rugosité RMS et de la concentration en silicium.

c. Conclusion

Nous avons vu que l'étape de la nucléation d'AlN sur Si(111) joue un rôle important dans la qualité des couches épitaxiées. Elle a un impact notable sur la densité de dislocations traversantes, et par voie de conséquence sur l'état de déformation final des couches superficielles de GaN. L'amélioration de l'homogénéité des zones nitrurées au cours de la nitruration du substrat est nécessaire à une bonne qualité structurale des couches épitaxiées. Une nitruration longue à faible débit d'ammoniac, qui semble aller dans ce sens, est préférable à une nitruration de type « burst » (beaucoup d'ammoniac en très peu de temps). Nous avons pu également constater les conséquences néfastes d'une nitruration à 800°C sur la qualité des couches épitaxiées, et en particulier sur la densité de dislocations traversantes. A une telle température, la présence d'ammoniac donne lieu à une nitruration partielle de la surface du Si(111), ce qui nuit à l'établissement d'une bonne relation épitaxiale AlN/Si(111). D'un autre côté, l'absence de recuit à 780°C après l'étape de nitruration à 600°C a également des conséquences néfastes sur la densité de dislocations traversantes. La réaction entre les atomes Si et les radicaux NH_x n'étant pas favorisée, la formation des zones nitrurées sur la surface du silicium s'en trouve réduite. Dans ce cas, la plus faible quantité de liaisons Si- NH_x pourrait favoriser l'incorporation de silicium au cours de la croissance de l'AlN. Enfin, nous avons vu qu'au cours de la croissance de la couche de nucléation AlN, la diminution du débit d'ammoniac de 200sccm à 10sccm (diminution du rapport V/III), sensée favoriser la mobilité des atomes d'aluminium en surface, ne semble pas avoir d'impact majeur sur la qualité structurale des couches épitaxiées.

III24. Dessin des couches intercalaires

Nous avons étudié aux **paragraphes III22 et III23** l'influence des étapes de préparation de surface du substrat Si(111) et de la nucléation d'AlN sur la densité de dislocations traversantes. Nous avons montré entre autre l'influence que pouvaient avoir certains paramètres, comme le temps et la température de nitruration ou encore la désoxydation chimique, sur la qualité structurale du GaN intercalaire (densité de dislocations traversantes, rugosité de surface, état de déformation résiduel) et sur la densité de fissures enterrées.

Toujours dans l'optique d'améliorer la qualité structurale du matériau avant de déposer la couche tampon de GaN, nous allons à présent nous attacher à l'influence du dessin des couches enterrées sur les propriétés structurales et électriques de la structure HEMT. Nous avons pour cela modifié les épaisseurs de la couche de nucléation AlN ainsi que celle du GaN et de l'AlN intercalaires.

a. Impact sur les propriétés structurales et électriques du HEMT

Le **Tableau III-10** ci-dessous présente la structure de 2 références (H_{800} et H_C) et celle de 3 échantillons pour lesquels l'empilement des couches enterrées a été modifié (H_1 , H_2 et H_3).

H_{800} (référence)	H_1	H_C (référence)	H_2	H_3
(Al, Ga)N barrière	(Al, Ga)N barrière	(Al, Ga)N barrière	(Al, Ga)N barrière	(Al, Ga)N barrière
GaN tampon 1,7 μm	GaN tampon 1,7 μm	GaN tampon 1,7 μm	GaN tampon 1,7 μm	GaN tampon 1,7 μm
AlN intercalaire 250 nm	AlN intercalaire 250 nm	AlN intercalaire 250 nm	AlN intercalaire 100 nm	AlN intercalaire 100 nm
GaN intercalaire 250 nm	$\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ intercalaire 250 nm	GaN intercalaire 250 nm	GaN intercalaire 500 nm	GaN intercalaire 250 nm
AlN nucléation 40 nm	AlN nucléation 40 nm	AlN nucléation 40 nm	AlN nucléation 40 nm	AlN nucléation 200 nm
Si(111)	Si(111)	Si(111)	Si(111)	Si(111)
désoxydation thermique		désoxydation chimique		

Tableau III-10 : structure détaillée des échantillons H_{800} , H_C , H_1 , H_2 et H_3 . Les cases grisées font apparaître les modifications faites par rapport à la structure de référence H_{800} ou H_C

L'échantillon H_1 consiste en une couche intercalaire (Al,Ga)N avec un taux d'aluminium de 10%. Comparé au paramètre de maille de l'AlN ($a_{\text{AlN}} = 3,112 \text{ \AA}$) cette couche $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ aura un paramètre de maille de 3,1802 \AA selon la loi de Vegard (voir **Chapitre I paragraphe I11**), soit un désaccord paramétrique avec l'AlN de 2,1% (2,4% dans le cas d'une couche intercalaire de GaN).

L'échantillon H_2 consiste en un épaissement de la couche de GaN intercalaire (500nm), tandis que l'échantillon H_3 consiste en un épaissement de la couche de nucléation AlN (200 nm). L'objectif était d'améliorer la qualité structurale du GaN intercalaire avant de déposer la couche d'AlN. Dans les 2 cas le substrat de silicium a subi une désoxydation chimique *ex situ* et l'épaisseur de la couche d'AlN intercalaire a été réduite à 100 nm pour éviter la formation de boursouflures (voir paragraphe III22c).

Comme nous pouvons le voir sur la **Figure III-36** (carrés noirs), la modification de l'épaisseur des couches enterrées (échantillons H_2 et H_3) influence notablement l'état de déformation résiduelle de la couche de GaN finale.

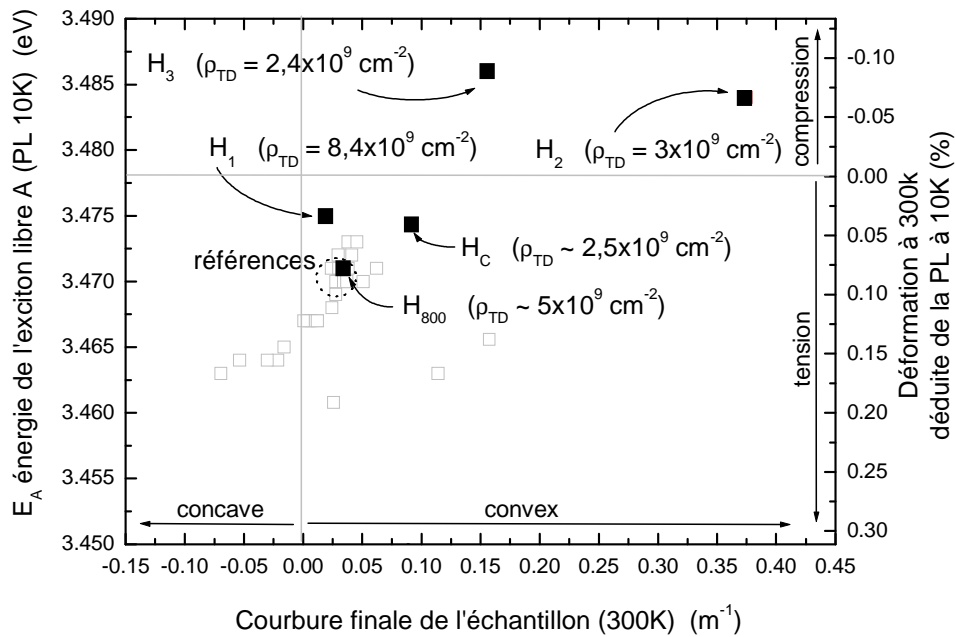


Figure III-36 : énergie de l'exciton libre A du GaN (E_A) mesurée par photoluminescence à basse température (PL 10K) et la déformation biaxiale (ε_{xx}) déduite à température ambiante (300K) selon l'équation I-18 (Chapitre I), en fonction de la courbure finale de l'échantillon mesurée à température ambiante (300K). Les densités de dislocations (ρ_{TD}) données ont été mesurées par MFA

La **Tableau III-11** ci-dessous résume les principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs présentées au **Tableau III-10**.

L'échantillon H_3 présente la meilleure qualité structurale avec une densité de dislocations émergentes mesurée par MFA de $2,4 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ et une *LMH* de la raie asymétrique (30-32) mesurée par DRX de 1566 arcsec, la plus faible valeur jamais mesurée sur l'ensemble de nos structures HEMTs avec un tampon GaN de $1,7 \mu\text{m}$ d'épaisseur.

		H₈₀₀	H₁	H_c	H₂	H₃
$\overline{D_{TD}^{MFA}}$ (cm ⁻²)		5x10 ⁹	8,4x10 ⁹	2,5x10 ⁹	3x10 ⁹	2,4x10 ⁹
$LMH(0002)_{GaN}^{DRX}$ (arcsec)		1080	778	986	1008	727
$LMH(30\bar{3}2)_{GaN}^{DRX}$ (arcsec)		1890	2315	1775	1685	1566
N_S^{CV} (cm ⁻²)		8,20x10 ¹²	1x10 ¹³	7x10 ¹²	8,66x10 ¹²	6,63x10 ¹²
N_S^{Hkl} (cm ⁻²)		9,47x10 ¹²	1x10 ¹³	7,90x10 ¹²	1x10 ¹³	1x10 ¹³
N_{dmin}^{CV} (cm ⁻²)		2,9x10 ¹⁴	1,7x10 ¹⁴	1,89x10 ¹⁴	4,3x10 ¹⁵	2,1x10 ¹⁵
R_c (Ohm.mm)		0,51	0,19	0,60	0,27	0,41
$R_{y,k}$ (Ohm.sqr)		357	317	381	386	671
R_{tampon} (V = 10V) (Ohm)		1,68x10 ⁷	6,14x10 ⁸	2,87x10 ⁶	3,50x10 ⁴	1,17x10 ⁴
Transistor $W_g = 150 \mu m$	L_g (μm)	2	2			
	D_{sd} (μm)	9	9			
V_p (V)	-4,7	-6,9				
I_{gs}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$)	4,16x10 ⁻⁵	4,18x10 ⁻⁴				
I_{ds}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$ et $V_{ds} = 10V$)	8,75x10 ⁻⁵	2,32x10 ⁻³				
I_{dss} (A/mm) ($V_{gs} = 0V$)	0,505	0,645				
G_m^{max} (mS/mm)	134	118				

Tableau III-11 : principales caractéristiques structurales et électriques des structures HEMTs H₈₀₀, H_c, H₁, H₂ et H₃

La résistance des couches tampons R_{tampon} semble suivre la tendance précédemment observée, à savoir qu'une diminution de la densité de dislocations traversantes conduit à une diminution de la résistance des couches tampons (voir **paragraphe III12b Figure III-10**). L'échantillon H₁ présente en ce sens la résistance R_{tampon} la plus importante ($\sim 600M\Omega$) pour une densité de dislocations traversantes de 8,4x10⁹ cm⁻². Comparé à l'échantillon de référence H₈₀₀, le courant de fuite de tampon mesuré sur transistor I_{ds}^{fuite} est cependant plus élevé (2,32x10⁻³ A/mm). Cette augmentation du courant de fuite à canal pincé ($V_{gs} = V_p - 1V$) est à relier en partie à la fuite de grille I_{gs}^{fuite} elle aussi plus importante (4,18x10⁻⁴ A/mm). Ceci peut s'expliquer par un mauvais procédé technologique lors de la réalisation du transistor et/ou par l'activité électrique des dislocations traversantes (**paragraphe III11d**) qui sont ici nombreuses.

Notons que les densités de donneurs résiduelles mesurées par C(V)-bille-de-mercure pour les échantillons H₂ ($N_{dmin} = 4,3x10^{15}$ cm⁻³) et H₃ ($N_{dmin} = 2,11x10^{15}$ cm⁻³) sont dix fois supérieures à celles habituellement mesurées dans les structures HEMTs standards. Comme le montre le profil SIMS (**Figure III-37**) les teneurs en silicium et en oxygène relevées dans la couche tampon GaN des échantillons H₂ ([Si] $\sim 2-3x10^{16}$ at/cm³ et [O] $\sim 2-3x10^{17}$ at/cm³) et H₃ ([Si] $\sim 5x10^{15}$ à 4x10¹⁶ at/cm³ et

[O] $\sim 8 \times 10^{16}$ at/cm³) sont plus importantes qu'à l'accoutumé ([Si] $\sim 2-4 \times 10^{15}$ at/cm³ et [O] $\sim 5-6 \times 10^{16}$ at/cm³). Cette incorporation d'impuretés donneuses peut être à l'origine de la différence observée sur ces deux structures HEMTs entre la densité surfacique de charge (N_s) mesurée par C(V)-bille-de-mercure et celle mesurée par effet Hall. Précisons que les échantillons H₂ et H₃ ont été réalisés dans un bâti d'épitaxie autre que celui habituellement utilisé. Cette contamination serait donc plus probablement due à l'environnement de la chambre de croissance plutôt qu'à la modification du dessin des couches enterrées ou au fait que le substrat ait été désoxydé chimiquement. Les caractéristiques électriques du transistor HEMT étant faussées par ce dopage résiduel, nous ne les présentons pas dans le **Tableau III-11**.

Comme le montre la **Figure III-38b**, l'utilisation d'une couche intercalaire d'(Al,Ga)N ne semble pas avoir d'effet sur le réseau de fissures enterrées. En revanche, la modification de l'épaisseur de la couche intercalaire GaN (échantillon H₂) ou de la couche de nucléation AlN (échantillon H₃), combinée à une désoxydation chimique du substrat, entraîne une diminution importante de la densité de fissures enterrées (**Figure III-38c et 38d**). Ces deux derniers clichés sont à comparés à la **Figure III-24b** (échantillon H_C).

Nous avons vu au **paragraphe III22** que la densité de fissures enterrées semblait être liée à la rugosité de surface de la couche de GaN intercalaire (densité de trous), ainsi qu'à son état de déformation résiduel. Il existe une relation entre la qualité structurale de la couche de nucléation d'AlN et la qualité structurale du GaN intercalaire épitaxié par-dessus (diminution réciproque de la mosaïcité). Ceci confirme la nécessité de réaliser un AlN de bonne qualité cristallographique et de mosaïcité la plus faible possible, et l'épaississement de cette première couche d'AlN va dans ce sens (**Figure III-38d**).

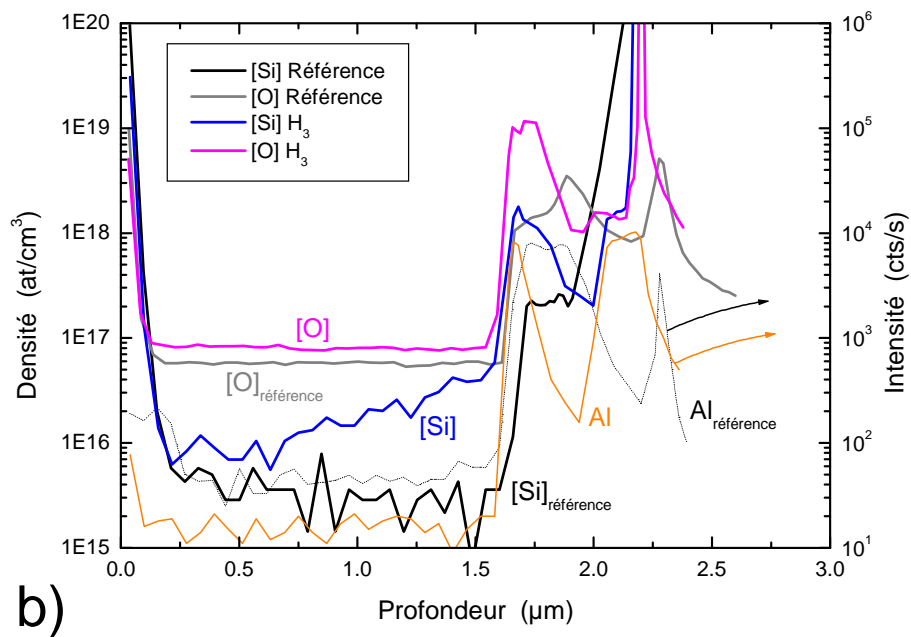
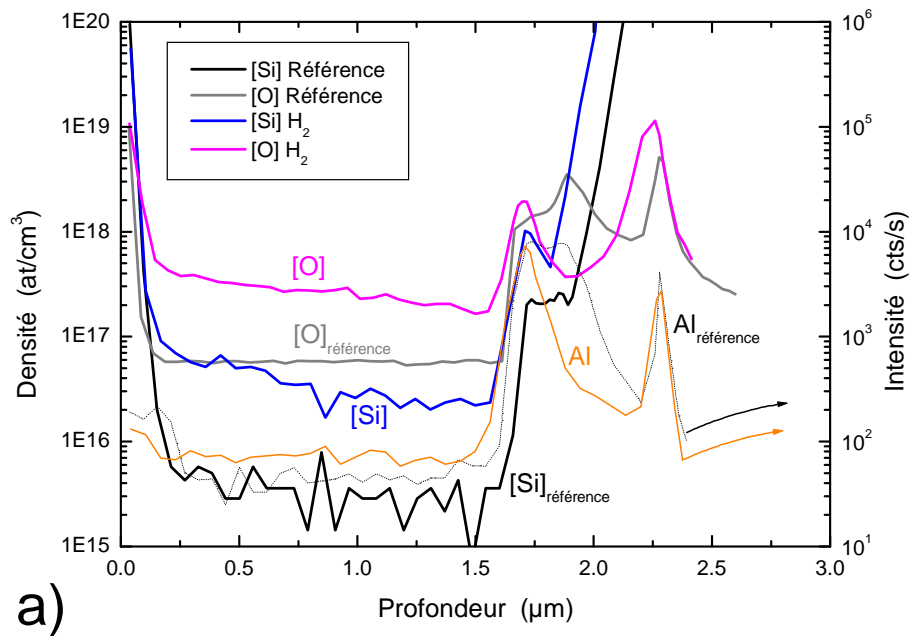


Figure III-37 : profil SIMS : a) structures HEMTs H₂ et référence, b) structures HEMTs H₃ et référence

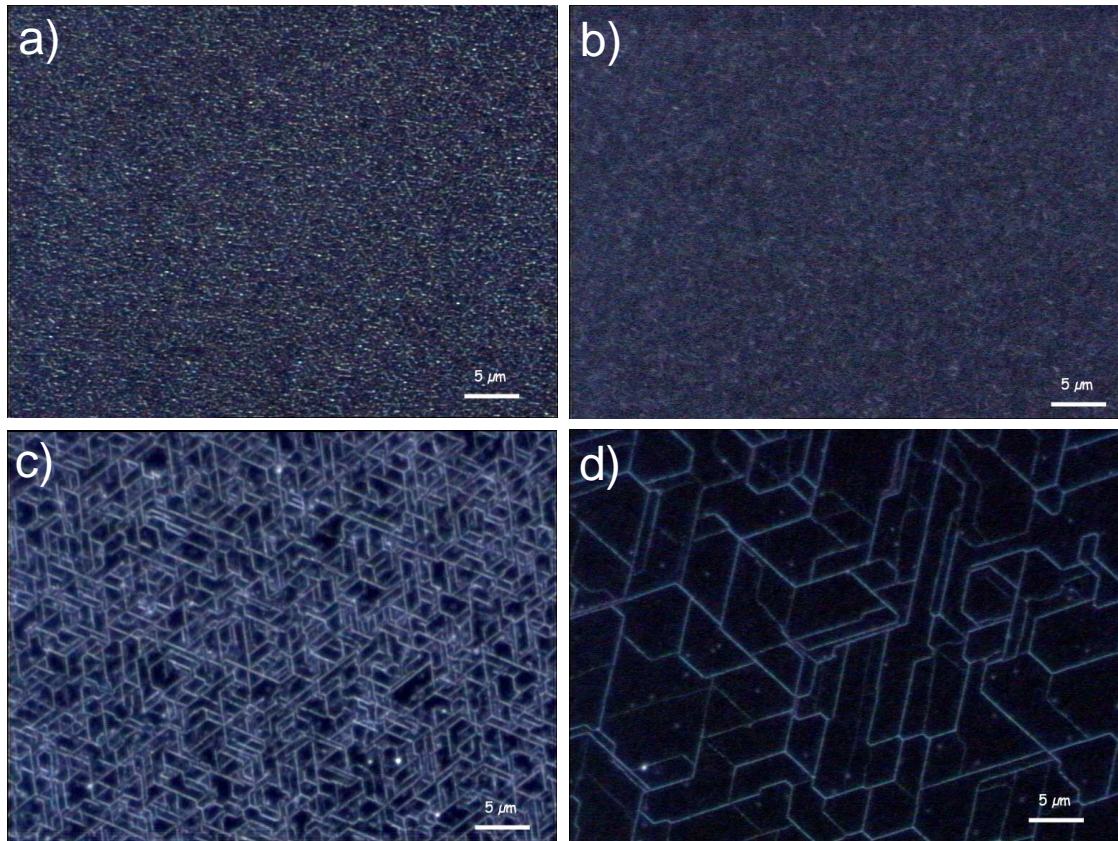


Figure III-38 : réseau de fissures enterrées vu par microscope optique (champ sombre) pour une structure HEMT épitaxiée sur Si(111) : a) échantillon de référence H₈₀₀, b) échantillon H₁, c) échantillon H₂ et d) échantillon H₃

b. Conclusion

Au vu des caractéristiques structurales obtenues pour les échantillons H₂ et H₃, l'épaississement de la couche de nucléation AlN et/ou de la couche GaN intercalaire semble être une piste intéressante pour l'obtention de couches épaisse de GaN (>4μm) non fissurées. En effet, contrairement à l'ensemble des structures HEMTs traitées dans cette étude, les échantillons H₂ et H₃ présentent une couche GaN de surface en compression à température ambiante (**Figure III-36**). Notons cependant que les fortes courbures observées, notamment pour H₂ (flèche > 200 μm pour un wafer 2'') ne sont pas compatibles avec les exigences d'une filière technologique standard pour la réalisation de dispositifs HEMTs (flèche < 50 μm). En regard de ce paramètre, il reste cependant la possibilité d'optimiser les épaisseurs des couches enterrées.

III.3. Conclusion

Nous venons de présenter l'étude des paramètres clés de la croissance épitaxiale et de l'agencement des empilements de matériaux semiconducteurs nécessaires à la réalisation de transistors HEMTs (Al,Ga)N/GaN sur Si(111) performants. Ce travail nous a permis d'identifier les paramètres de croissance ayant un impact notable sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT, et notamment sur l'isolation électrique des couches tampons et du transport des électrons dans le canal.

Nous avons mis en évidence certaines corrélations entre propriétés structurales et propriétés électriques, et notamment la corrélation de la courbure finale des échantillons avec l'état de déformation des couches superficielles de GaN et avec la densité de dislocations traversantes. Cette tendance du ralentissement de la relaxation de la contrainte compressive de la couche tampon GaN avec les plus faibles densités de dislocations traversantes confirme l'efficacité des mécanismes d'inclinaison et de formation de demi-boucles de dislocations de composante coin pour relaxer la contrainte. Pour compenser efficacement la contrainte extensive subie par la structure au cours du refroidissement et éviter ainsi la fissuration, la contrainte résiduelle de la couche tampon GaN doit être suffisamment compressive. Par conséquent, l'épaississement de la couche tampon GaN, et donc l'amélioration de sa qualité, passe par la réduction de la vitesse de relaxation de la contrainte compressive.

Nous avons identifié certains paramètres de croissance qui influencent notablement la qualité du matériau (densité de dislocations traversantes, rugosité de surface) et/ou les mécanismes d'inclinaison et de formation de demi-boucles de dislocations.

Nous avons montré le rôle majeur joué par la température de croissance du GaN sur la vitesse de relaxation de la contrainte compressive et la densité de dislocations traversantes émergentes. Une élévation de 20°C de la température de croissance de la couche tampon GaN par rapport à la température « standard » de 800°C entraîne l'augmentation d'un facteur 2 de la densité de dislocations traversantes émergentes et la fissuration des couches. En favorisant la diffusion des atomes en surface du GaN, la température favorise la montée des dislocations traversantes et donc leur courbure. L'élévation de la température est donc responsable d'une relaxation plus rapide de la contrainte compressive et donc d'un filtrage des dislocations moins efficace. Il est donc souhaitable d'épitaxier la couche tampon de GaN à une température inférieure à 800°C. Cependant, une température de croissance plus basse entraîne une rugosité de surface plus importante qui pourrait nuire aux propriétés de transport du 2DEG. Il serait donc intéressant d'augmenter la température au-delà de 800°C pour les 200-300 derniers nanomètres de la couche tampon GaN, avant de réaliser la zone active du HEMT.

La cinétique de relaxation de la contrainte compressive dans la couche tampon GaN dépend au premier ordre de la densité de dislocations traversantes de composante coins provenant des couches inférieures et susceptibles de se courber. L'amélioration de la qualité des couches antérieures à l'AlN intercalaire, en filtrant notamment les dislocations traversantes, est donc primordial pour réduire la vitesse de relaxation de la couche tampon GaN et ainsi pouvoir l'épaissir. Cependant, toute amélioration notable du matériau en deçà de l'AlN intercalaire de 250nm entraînera l'apparition de défauts étendus (boursouflures) à la surface de la structure HEMT. Une diminution de l'épaisseur de l'AlN intercalaire sera alors nécessaire pour s'en affranchir.

Comparée à une désoxydation thermique *in situ* (950°C sous ultra-vide dans le réacteur EJM), nous avons montré qu'une désoxydation chimique *ex situ* (acide fluorhydrique) du substrat Si(111) permet de diminuer la rugosité *RMS* de surface du silicium (absence de cristallites) et de la couche GaN intercalaire (diminution de la densité de trous), et conduit à une diminution importante de la densité de fissures enterrées observée habituellement dans le GaN intercalaire de nos structures. L'impact sur la qualité et l'état de contrainte des couches enterrées (AlN_{250nm}/GaN_{250nm}/AlN₄₀) reste cependant à clarifier. La corrélation établie entre la rugosité *RMS* de surface du GaN intercalaire et la densité de fissures enterrées, ainsi que l'apparition de défauts (boursouflures) en surface de certaines structures HEMTs, nous a conduit à discuter de leur origine et de leur formation.

Nous avons vu également que l'étape de nucléation d'AlN sur Si(111) joue un rôle important dans la qualité des couches épitaxiées. Au cours de la nitruration du substrat, il est souhaitable d'avoir une bonne homogénéité des zones nitrurées. Pour cela, il semble préférable de saturer en ammoniac (NH₃) la surface du silicium, à faible débit d'NH₃ et à basse température (600°C). Le recuit à 780°C est nécessaire pour renforcer la liaison Si-NH_x et éviter ainsi l'incorporation de silicium au cours de la croissance de l'AlN. Ces observations ne font que confirmer les nombreuses études déjà réalisées au CRHEA sur le démarrage de la croissance des nitrures d'éléments III sur substrat Si(111). La diminution du rapport V/III durant la croissance de la couche de nucléation AlN ne semble pas améliorer notablement la qualité des couches épitaxiées. Ce point reste cependant à étudier plus en détail.

Enfin, nous avons montré que l'épaississement de la couche de nucléation AlN et/ou de la couche GaN intercalaire semblait être un levier intéressant pour la gestion des contraintes et notamment pour l'obtention de couches épaisses de GaN (>4μm) non fissurées.

Outre le problème de courbures importantes des échantillons si la couche tampon GaN relaxe moins vite la contrainte compressive et si son épaisseur est trop grande, il reste la question de savoir si, au-delà d'une certaine épaisseur, l'épaississement de la couche tampon GaN permettra d'améliorer significativement les performances du transistor. En effet, le problème de dissipation thermique est à mettre en balance avec le couplage capacitif.

Références du Chapitre III

- [1] Y. Cordier, M. Hugues, F. Semond, F. Natali, P. Lorenzini, Z. Bougrioua, J. Massies, E. Frayssinet, B. Beaumont, P. Gibart and J. P. Faurie, *Journal of Crystal Growth* **278**, 383-386 (2005).
- [2] H. M. Ng, D. Doppalapudi, T. D. Moustakas, N. G. Weimann and L. F. Eastman, *Applied Physics Letters* **73**, 821-823 (1998).
- [3] J. L. Farvacque, Z. Bougrioua and I. Moerman, *Physical Review B* **63**, 115202 (2001).
- [4] A. Hinoki, S. Kamiya, T. Tsuchiya, T. Yamada, J. Kikawa, T. Araki, A. Suzuki and Y. Nanishi, *Physica Status Solidi (c)* **4**, 2728-2731 (2007).
- [5] E. J. Miller, E. T. Yu, P. Waltereit and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **84**, 535-537 (2004).
- [6] F. Semond, J. Massies and N. Grandjean, CNRS - Brevet **FR2810159**, date de publication 14/12/2001 (2001).
- [7] F. Semond, Y. Cordier, N. Grandjean, F. Natali, B. Damilano, S. Vézian and J. Massies, *Physica Status Solidi (a)* **188**, 501-510 (2001).
- [8] F. Natali, *Elaboration, étude et application d'hétérostructures (Al,Ga)N/GaN épitaxiées par jets moléculaires sur Si(111)*, Université de Nice-Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat** (2003).
- [9] J. E. Northrup and J. Neugebauer, *Physical Review B* **53**, R10477 (1996).
- [10] Y. Cordier, N. Baron, F. Semond, J. Massies, M. Binetti, B. Henninger, M. Besendahl and T. Zettler, *Journal of Crystal Growth* **301-302**, 71-74 (2007).
- [11] J. Floro, E. Chason, S. Lee, R. Twisten, R. Hwang and L. Freund, *Journal of Electronic Materials* **26**, 969-979 (1997).
- [12] S. Hearne, E. Chason, J. Han, J. A. Floro, J. Figiel, J. Hunter, H. Amano and I. S. T. Tsong, *Applied Physics Letters* **74**, 356-358 (1999).
- [13] G. Stoney, *Proc. R. Soc. London A*, 82 (1909).
- [14] E. Feltn, *Hétéro-épitaxie de Nitrure de Gallium sur substrat de silicium (111) et applications*, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat** (2003).
- [15] S. L. Sahonta, M. Q. Baines, D. Cherns, H. Amano and F. A. Ponce, *Physica Status Solidi (b)* **234**, 952-955 (2002).
- [16] H. Brune, K. Bromann, H. Röder, K. Kern, J. Jacobsen, P. Stoltze, K. Jacobsen and J. No/rskov, *Physical Review B* **52**, R14380 (1995).
- [17] M. Schroeder and D. E. Wolf, *Surface Science* **375**, 129-140 (1997).
- [18] S. Vézian, F. Natali, F. Semond and J. Massies, *Physical Review B* **69**, 125329 (2004).
- [19] J. F. Wang, D. Z. Yao, J. Chen, J. J. Zhu, D. G. Zhao, D. S. Jiang, H. Yang and J. W. Liang, *Applied Physics Letters* **89**, 152105-3 (2006).
- [20] S. Raghavan, X. Weng, E. Dickey and J. M. Redwing, *Applied Physics Letters* **88**, 041904-3 (2006).
- [21] A. E. Romanov and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **83**, 2569-2571 (2003).

- [22] J. D. Acord, X. Weng, E. C. Dickey, D. W. Snyder and J. M. Redwing, *Journal of Crystal Growth* **310**, 2314-2319 (2008).
- [23] P. Cantu, F. Wu, P. Waltereit, S. Keller, A. E. Romanov, U. K. Mishra, S. P. DenBaars and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **83**, 674-676 (2003).
- [24] A. L. Corrion, C. Poblenz, F. Wu and J. S. Speck, *Journal of Applied Physics* **103**, 093529-7 (2008).
- [25] P. Cantu, F. Wu, P. Waltereit, S. Keller, A. E. Romanov, S. P. DenBaars and J. S. Speck, *Journal of Applied Physics* **97**, 103534 (2005).
- [26] M. Benaissa, P. Venngues, O. Tottereau, L. Nguyen and F. Semond, *Applied Physics Letters* **89**, 231903 (2006).
- [27] S. Joblot, Croissance d'hétérostructures à base de GaN sur substrat de silicium orienté (001): application aux transistors à haute mobilité d'électrons, Université de Nice-Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat** (2007).
- [28] A. Bourret, C. Adelman, B. Daudin, J.-L. Rouvière, G. Feuillet and G. Mula, *Physical Review B* **63**, 245307 (2001).
- [29] D. M. Follstaedt, N. A. Missert, D. D. Koleske, C. C. Mitchell and K. C. Cross, *Applied Physics Letters* **83**, 4797-4799 (2003).
- [30] B. Heying, E. J. Tarsa, C. R. Elsass, P. Fini, S. P. DenBaars and J. S. Speck, *Journal of Applied Physics* **85**, 6470-6476 (1999).
- [31] F. Eric, B. Beaumont, M. Laugt, P. d. Mierry, P. Venngues, H. Lahreche, M. Leroux and P. Gibart, *Applied Physics Letters* **79**, 3230-3232 (2001).
- [32] H. Amano, M. Iwaya, T. Kashima, M. Katsuragawa, I. Akasaki, J. Han, S. Hearne, J. A. Floro, E. Chason and J. Figiel, *Japanese Journal of Applied Physics* **37**, L1540-L1542 (1998).
- [33] A. Dadgar, J. Bläsing, A. Diez, A. Alam, M. Heuken and A. Krost, *Japanese Journal of Applied Physics* **39**, L1183 (2000).
- [34] P. J. Hansen, Y. E. Strausser, A. N. Erickson, E. J. Tarsa, P. Kozodoy, E. G. Brazel, J. P. Ibbetson, U. Mishra, V. Narayanamurti, S. P. DenBaars and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **72**, 2247-2249 (1998).
- [35] E. J. Tarsa, B. Heying, X. H. Wu, P. Fini, S. P. DenBaars and J. S. Speck, *Journal of Applied Physics* **82**, 5472-5479 (1997).
- [36] R. A. Oliver, M. J. Kappers, J. Sumner, R. Datta and C. J. Humphreys, *Journal of Crystal Growth* **289**, 506-514 (2006).
- [37] J. W. P. Hsu, M. J. Manfra, S. N. G. Chu, C. H. Chen, L. N. Pfeiffer and R. J. Molnar, *Applied Physics Letters* **78**, 3980-3982 (2001).
- [38] S. Vézian, J. Massies, F. Semond, N. Grandjean and P. Vennéguès, *Physical Review B* **61**, 7618 (2000).
- [39] L. Lymperakis, J. Neugebauer, M. Albrecht, T. Remmele and H. P. Strunk, *Physical Review Letters* **93**, 196401 (2004).

- [40] A. Béré and A. Serra, *Physical Review B* **65**, 205323 (2002).
- [41] J. E. Northrup, *Applied Physics Letters* **78**, 2288-2290 (2001).
- [42] S. M. Lee, M. A. Belkhir, X. Y. Zhu, Y. H. Lee, Y. G. Hwang and T. Frauenheim, *Physical Review B* **61**, 16033 (2000).
- [43] A. F. Wright and G. Ulrike, *Applied Physics Letters* **73**, 2751-2753 (1998).
- [44] J. Elsner, R. Jones, P. K. Sitch, V. D. Porezag, M. Elstner, T. Frauenheim, M. I. Heggie, S. Öberg and P. R. Briddon, *Physical Review Letters* **79**, 3672 (1997).
- [45] C. J. Fall, R. Jones, P. R. Briddon, A. T. Blumenau, T. Frauenheim and M. I. Heggie, *Physical Review B* **65**, 245304 (2002).
- [46] A. T. Blumenau, C. J. Fall, J. Elsner, R. Jones, M. I. Heggie and T. Frauenheim, *Physica Status Solidi (c)* **0**, 1684-1709 (2003).
- [47] I. Belabbas, M. A. Belkhir, Y. H. Lee, J. Chen, A. Bere, P. Ruterana and G. Nouet, *Computational Materials Science* **37**, 410-416 (2006).
- [48] G. Koley and M. G. Spencer, *Applied Physics Letters* **78**, 2873-2875 (2001).
- [49] S. Kenji, S. Tetsuya and O. Mitsumasa, *Applied Physics Letters* **78**, 3636-3638 (2001).
- [50] J. W. P. Hsu, M. J. Manfra, R. J. Molnar, B. Heying and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **81**, 79-81 (2002).
- [51] T. Hino, S. Tomiya, T. Miyajima, K. Yanashima, S. Hashimoto and M. Ikeda, *Applied Physics Letters* **76**, 3421-3423 (2000).
- [52] E. G. Brazel, M. A. Chin and V. Narayanamurti, *Applied Physics Letters* **74**, 2367-2369 (1999).
- [53] A. Krtschil, A. Dadgar and A. Krost, *Journal of Crystal Growth* **248**, 542-547 (2003).
- [54] Y. Cordier, P. Lorenzini, M. Hugues, F. Semond, F. Natali, Z. Bougrioua, J. Massies, E. Frayssinet, B. Beaumont, P. Gibart and J. P. Faurie, *Journal de Physique IV* **132**, 365-368 (2006).
- [55] D. Ducatteau, A. Minko, V. Hoel, E. Morvan, E. Delos, B. Grimbert, H. Lahreche, P. Bove, C. Gaquiere, J. C. De Jaeger and S. Delage, *IEEE Electron Device Letters* **27**, 7-9 (2006).
- [56] S. Haffouz, H. Tang, S. Rolfe and J. A. Bardwell, *Applied Physics Letters* **88**, 252114-3 (2006).
- [57] H. Lahreche, P. Vennéguès, B. Beaumont and P. Gibart, *Journal of Crystal Growth* **205**, 245-252 (1999).
- [58] S. Gradecak, P. Stadelmann, V. Wagner and M. Ilegems, *Applied Physics Letters* **85**, 4648-4650 (2004).
- [59] G. Koblmuller, S. Fernandez-Garrido, E. Calleja and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **91**, 161904 (2007).
- [60] G. Koblmuller, F. Wu, T. Mates, J. S. Speck, S. Fernandez-Garrido and E. Calleja, *Applied Physics Letters* **91**, 221905 (2007).
- [61] F. Natali, Y. Cordier, C. Chaix and P. Bouchaib, *Journal of Crystal Growth* **311**, 2029-2032 (2009).
- [62] R. Aubry, J.-C. Jacquet, B. Dessertenne, E. Chartier, D. Adam, Y. Cordier, F. Semond, J. Massies, M.-A. DiForte-Poisson, A. Romann and S. L. Delage, *Eur. Phys. J. AP* **22**, 77-82 (2003).

- [63] U. Rössner, A. Barski, J. L. Rouvière, A. Bourret, J. Massies, C. Deparis and N. Grandjean, *Mat. Science Eng.* **B29**, 74-77 (1995).
- [64] A. L. Louarn, Première étape de la croissance de GaN sur Si(111): la nucléation d'AlN, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat**, p.134 (2006).
- [65] X. Wang, Z. Li, L. Wang, Y. Hu, G. Zhai, J. Yang, Y. Wang, K. Fung, J. Tang, X. Wang and N. Cue, *Japanese Journal of Applied Physics* **40**, 4292-4298 (2001).
- [66] J. C. Moreno, E. Frayssinet, F. Semond, M. Nemoz, M. Leroux, R. Leute, G. M. Prinz, K. Thonke and R. Sauer, *Journal of Applied Physics*, in progress (2009).
- [67] J. M. Bethoux, P. Vennegues, F. Natali, E. Feltin, O. Tottereau, G. Nataf, P. D. Mierry and F. Semond, *Journal of Applied Physics* **94**, 6499-6507 (2003).
- [68] J. M. Bethoux, Relaxation des contraintes dans les hétérostructures épaisses (Al,Ga)N: une piste originale pour la réalisation de diodes électroluminescentes à cavité résonante, Université de Nice - Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat**, p. 73-87 (2004).
- [69] E. Frayssinet and *al*, *Appl. Phys. Lett.*, in progress (2009).
- [70] A. L. Louarn, Première étape de la croissance de GaN sur Si(111): la nucléation d'AlN, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat** (2006).
- [71] M. L. Colaiaanni, P. J. Chen and J. T. Yates, Jr., *The Journal of Chemical Physics* **96**, 7826-7837 (1992).
- [72] S. Tanaka, M. Onchi and M. Nishijima, *Surface Science* **191**, L756-L764 (1987).
- [73] A. Bourret, A. Barski, J. L. Rouviere, G. Renaud and A. Barbier, *Journal of Applied Physics* **83**, 2003-2009 (1998).
- [74] A. L. Louarn, Première étape de la croissance de GaN sur Si(111): la nucléation d'AlN, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat**, p.96 (2006).
- [75] A. L. Louarn, Première étape de la croissance de GaN sur Si(111): la nucléation d'AlN, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat**, p.27 (2006).
- [76] X. Wang, G. Zhai, J. Yang and N. Cue, *Physical Review B* **60**, R2146 (1999).
- [77] X. Wang, G. Zhai, J. Yang, L. Wang, Y. Hu, Z. Li, J. C. Tang, X. Wang, K. K. Fung and N. Cue, *Surface Science* **494**, 83-94 (2001).
- [78] H. Ahn, C. L. Wu, S. Gwo, C. M. Wei and Y. C. Chou, *Physical Review Letters* **86**, 2818 (2001).
- [79] C. L. Wu, J. L. Hsieh, H. D. Hsueh and S. Gwo, *Physical Review B* **65**, 045309 (2002).
- [80] A. L. Louarn, Première étape de la croissance de GaN sur Si(111): la nucléation d'AlN, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat**, p.118 (2006).
- [81] N. Grandjean, M. Leroux, J. Massies, M. Mesrine and M. Laügt, *Japanese Journal of Applied Physics* **38**, 618 (1999).

Chapitre

IV

Table des matières

IV. L'isolation des couches tampon.....	167
IV1. Le Fer comme élément accepteur	169
IV11. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN/Saphir	169
a. Procédure expérimentale	169
b. Interface conductrice.....	170
c. Profil du dopage Fer inadapté à une reprise d'épitaxie	171
IV12. Optimisation du profil de Fer.....	173
a. Couche tampon déposée sur Saphir	173
b. Caractéristiques de sortie du transistor HEMT	177
c. Couche tampon déposée sur Si(111).....	178
IV13. Effet Hall en température	182
IV2. Le Carbone comme élément accepteur	184
IV21. Propriétés structurales	185
IV22. Propriétés électriques	187
a. HEMT (Al,Ga)N/GaN non dopé sur Si(111)	189
b. HEMT (Al,Ga)N/GaN dopé Carbone sur Si(111)	190
c. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN/Si(111).....	191
IV3. Couches épaisses d'AlN	193
IV31. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN.....	193
IV32. Reprise d'épitaxie sur tremplin AlN	194
IV4. Conclusion	196

IV. L'isolation des couches tampon

Pour délivrer des hautes puissances à des fréquences élevées, les hétérostructures de type HEMT requièrent des couches tampon et des substrats hautement résistifs. Dans les structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN, l'isolation des couches tampon est due à la densité importante des dislocations traversantes ($> 1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$) nucléées durant l'hétéroépitaxie des couches tampon sur substrat saphir (Al_2O_3), carbure de silicium (SiC) ou silicium (Si). Cependant, les dislocations traversantes sont néfastes pour les propriétés de transport du 2DEG [1] et sont parfois responsables de courts-circuits pouvant réduire notablement la fiabilité du composant [2-5].

Comme nous l'avons vu dans les chapitres précédents, dans le cas du GaN sur substrat Si(111), la densité de porteurs résiduelle mesurée par la sonde de capacité à bille de mercure (C(V)-bille-de-mercure) reste inférieure à $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ dans la couche tampon de GaN, et ce malgré les teneurs en impuretés donneuses ([Si], [O]) mesurées par SIMS qui s'élèvent généralement à 1×10^{16} - $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$. Cependant, l'augmentation de la température dans les dispositifs de puissance affecte les propriétés des matériaux et le comportement des composants [6-9]. En effet, si au moins une partie des dislocations joue un rôle majeur dans les propriétés isolantes des couches GaN non intentionnellement dopées (GaN n.i.d.), il est apparu clairement que les électrons initialement piégés pouvaient être libérés à mesure que la température s'élevait. L'augmentation significative de la densité de charges dans la couche tampon constitue alors une première limite pour le fonctionnement du transistor. Une autre limitation est l'existence de phénomènes de décoration des dislocations traversantes par des impuretés qui a été reportée dans la littérature et a été mise en relation avec la réduction des tensions de claquage de diodes Schottky GaN (**Chapitre III paragraphe III11d**).

L'amélioration des propriétés de transport du 2DEG et de la fiabilité des dispositifs de type HEMT, ainsi que l'augmentation de la stabilité thermique du GaN, passent donc par la réduction du nombre de défauts tels que les dislocations traversantes et/ou la compensation du dopage de type n par des accepteurs profonds. Plusieurs groupes ont reporté des croissances de GaN rendu semi-isolant par incorporation d'accepteurs comme le Fer [10-13], le Magnésium, le Zinc [14], le Béryllium [15], ou encore le Carbone [16-18].

Aujourd'hui, la disponibilité commerciale de tremplins semi-isolants GaN (SI-GaN) ou AlN, ou encore de substrats GaN autosupportés, permet de tirer avantage de couches tampon hautement résistives présentant de faibles densités de dislocations traversantes ($< 10^9 \text{ cm}^{-2}$). Cependant, quelle que soit la méthode pour obtenir les tremplins SI-GaN, les hétérostructures (Al,Ga)N/GaN reprises par-dessus présentent une interface conductrice qui limite les performances des composants. Il est donc nécessaire de développer des traitements chimiques efficaces et/ou d'avoir recours de nouveau à un dopage avec un accepteur durant la reprise d'épitaxie pour compenser la contamination d'interface

[13, 15]. Néanmoins, l'utilisation d'éléments accepteurs peut être néfaste pour la croissance de films non dopés dans un même réacteur (effet mémoire), et d'autres solutions doivent alors être envisagées.

Comme nous le verrons dans ce chapitre, l'un des accepteurs les plus prometteurs est le Fer (complexe $Fe^{3+/2+} \approx 600$ meV sous la bande de conduction du GaN [19]). Avec une énergie d'activation résultante de plus de 1eV, le Fer permet de maintenir le caractère isolant de la couche tampon GaN jusqu'à plus de 600K. Nous discuterons de la reprise d'épitaxie par EJM-NH₃ sur tremplin SI-GaN:Fe/Saphir, et nous présenterons une solution reproductible utilisant la ségrégation et la diffusion du Fer en surface, comme cela a pu être démontré pour la première fois au CRHEA pour une reprise d'épitaxie par EPVOM [20]. Nous verrons que cette solution fonctionne également sur des couches tampon GaN déposées sur substrat silicium.

Dans une seconde partie nous étudierons la possibilité d'utiliser le Carbone comme élément dopant ($E_{\text{carbone}} \approx 500$ meV sous la bande de conduction du GaN [21-25]) pour l'obtention de couches tampon semi-isolantes dans les structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN épitaxiées sur substrat silicium. Nous discuterons également de la reprise d'épitaxie par EJM-NH₃ sur tremplin GaN/Si(111) avec l'utilisation du Carbone comme élément accepteur pour compenser la pollution d'interface.

Enfin, nous étudierons la possibilité d'utiliser une couche épaisse d'AlN pour la reprise d'épitaxie sur tremplin GaN ou AlN.

IV1. Le Fer comme élément accepteur

Déposer par EJM une couche tampon GaN sur un tremplin GaN/Saphir représente une simplification majeure pour la croissance. En effet, la qualité cristalline des tremplins GaN se trouve répliquée dans les couches déposées. La contrainte et la densité de dislocations ($\rho_{TD} \sim 1 \times 10^8$ à 1×10^9 cm^{-2}) évoluent peu dans ces couches épaisses ($>3 \mu\text{m}$) et relaxées à la température de croissance. En raison de sa faible conductivité thermique, le substrat saphir n'est certes pas le meilleur choix pour les transistors de puissance, mais l'utilisation de tremplins GaN/saphir assure une meilleure reproductibilité des croissances et peut donc aider à la mise au point des zones actives. Ce travail d'optimisation pourrait alors être transféré sur des substrats GaN autosupportés, voire sur des tremplins ou substrats AlN si cette technologie venait à devenir compétitive.

Remarque: l'ensemble des tremplins GaN/Saphir utilisés pour l'étude ont été réalisés par Mohamed Azize sur la base du savoir-faire acquis au cours de sa thèse de doctorat [26]

IV11. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN/Saphir

a. Procédure expérimentale

Un tremplin SI-GaN:Fe/Saphir compensé dans son volume ($[\text{Fe}] \sim 10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$), que nous nommerons « tremplin ST », consiste en une couche de GaN épaisse de 3-6 μm épitaxiée sur substrat saphir $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$ par EPVOM (réacteur Thomas Swan CCS) utilisant le triméthylgallium (TMGa), l'ammoniac (NH_3) et le ferrocène (Cp_2Fe), selon la procédure présentée dans les références [11, 27] (**Figure IV-3a**). Il en résulte un matériau de très bonne qualité présentant une faible densité de dislocations traversantes ($\rho_{TD} = 4 - 8 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$) et une résistance de feuille importante $R_{sh}^{\text{tampon}} \sim 1 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{sqr}$.

Les reprises d'épitaxie ont été réalisées dans un bâti EJM Riber Compact 21T utilisant l'ammoniac NH_3 comme source d'azote. Après avoir dégazé l'échantillon à 400°C dans la chambre de préparation, celui-ci a été transféré dans la chambre de croissance et chauffé à 740°C sous ultra-vide (vide de base $\sim 1 \times 10^{-10}$ Torr). La surface du tremplin ST SI-GaN:Fe/Saphir a été ensuite exposée à un flux d'ammoniac de 200sccm et élevée à une température de $780-800^\circ\text{C}$ ($P \sim 1 \times 10^{-5}$ Torr). Le diagramme de RHEED nous montre alors une surface de GaN lisse. Une couche tampon GaN de 0,5 μm d'épaisseur est alors épitaxiée ($v_{\text{croissance}}^{\text{GaN}} = 0,6 \mu\text{m}/h$), suivie d'une barrière GaN(5nm)/ $\text{Al}_{0,28}\text{Ga}_{0,72}\text{N}$ (21nm)/AlN(1nm) (voir **Chapitre II paragraphe II32b Barrière**). Les caractéristiques électriques des couches tampon et les propriétés électriques du 2DEG sont données dans les **Tableau IV-1** et **IV-2** (échantillons PTC160 et PTC175).

b. Interface conductrice

Malgré la présence de Fer, et en dépit des précautions prises durant la préparation de la surface de GaN avant la reprise d'épithaxie, une conduction parasite persiste ($R_{sh}^{tampon} \sim 10^3 \Omega.sqr$). Comme nous le montre l'analyse déduite de la mesure C(V)-bille-de-mercure, c'est la région de l'interface de reprise de croissance qui contribue à cette conduction (**Figure IV-1** échantillons PTC160 et PTC175). En effet, une augmentation de la concentration de porteurs ($N_d^{CV} \sim 1 \times 10^{18} cm^{-3}$) est détectée à environ $0,5 \mu m$ de la surface.

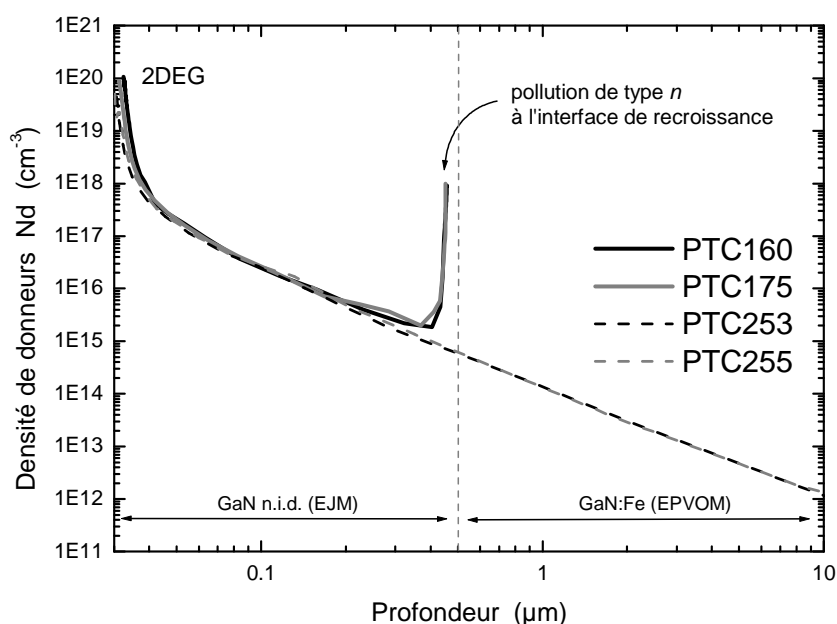


Figure IV-1 : profil de porteurs déduit de la mesure Capacité-Tension C(V)-bille-de-mercure (100 kHz) dans les structures HEMTs PTC160 (ligne noire), PTC175 (ligne grise), PTC253 (pointillés noirs) et PTC255 (pointillés gris)

Comme nous le montrent les **Tableaux IV-1 et IV2** (échantillons PTC160 et PTC175), une reprise d'épithaxie sur un tremplin ST conduit à une couche tampon GaN peu isolante avec une densité de donneurs résiduelle élevée ($N_{d\min}^{CV} > 1 \times 10^{15} cm^{-3}$) et une résistance relativement faible ($R_{tampon} \sim 10^3-10^4 \Omega$), correspondant à un courant de fuite de 20-200 mA/mm mesuré entre 2 contacts ohmiques séparés par une mesa d'isolation (voir **Annexe A33**). Ces propriétés électriques de la couche tampon GaN ne sont pas compatibles avec la réalisation de composants, et ce malgré les bonnes propriétés de transport du 2DEG avec une mobilité pouvant atteindre les $1820 cm^2/V.s$ (**Tableau IV-2** échantillons PTC160 et PTC175). La grande différence observée entre la densité

surfactive de charge du 2DEG mesurée par C(V)-bille-de-mercure (Ns^{CV}) et par Effet Hall (Ns^{Hall}) confirme la présence d'une conduction parasite diminuant la mobilité moyenne des électrons.

c. Profil du dopage Fer inadapté à une reprise d'épitaxie

Malgré des niveaux de dopage Fer élevés dans le volume du tremplin ST ($[Fe] \sim 10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$), le niveau de dopage présent au niveau de l'interface de recroissance ne semble pas être suffisant pour compenser un dopage non intentionnel de type n . Cette contamination d'interface de type n pourrait être due à l'exposition à l'air de la surface du tremplin GaN/Saphir et/ou à l'incorporation d'impuretés résiduelles avant et pendant les premiers stades de la reprise d'épitaxie [13, 20, 28].

Les analyses SIMS montrent que c'est le Silicium qui est présent en grande quantité à l'interface de recroissance ($[Si] \sim 2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$) (**Figure IV-2**). Donneur dans GaN, le Silicium semble donc responsable de la conduction parasite. Il est présent en quantité dans l'atmosphère et contamine la surface des tremplins GaN en formant des liaisons Si-N stables lors du chauffage des échantillons avant reprise d'épitaxie. La quantité de Fer présent à l'interface de recroissance ($[Fe] \sim 2 - 3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$) se trouve bien en deçà de celle du Silicium ($[Si] \sim 1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) dont l'effet est alors impossible à compenser. De plus, rappelons que tous les atomes de Fer ne sont pas électriquement actifs, comme cela a été reporté par S. Heikman *et al* [12] et M. Azize [26].

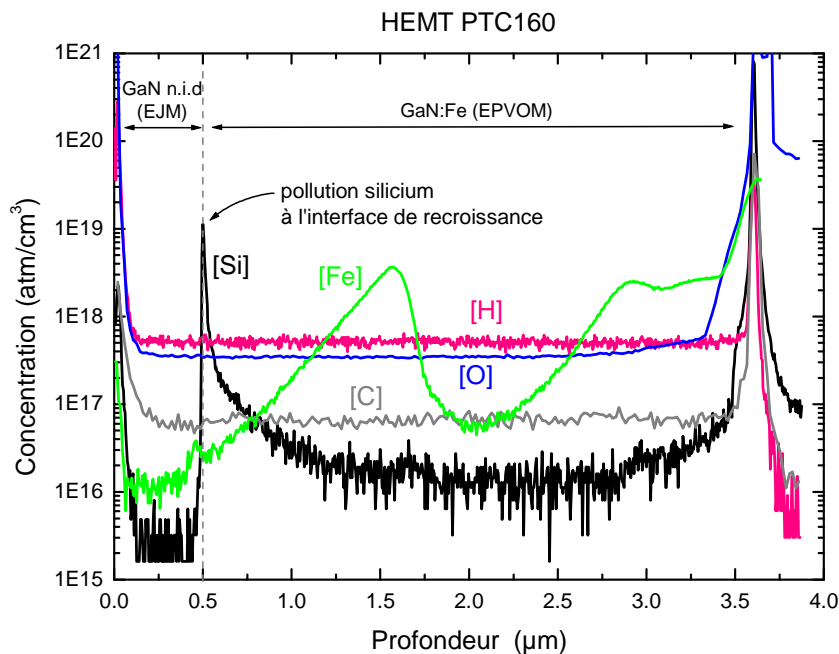


Figure IV-2 : profil SIMS montrant les contaminants et le Fer dans la structure HEMT PTC160 (reprise de croissance sur tremplin GaN:Fe/Saphir classique)

Nous pouvons remarquer sur la **Figure IV-2** que le profil du dopage Fer d'un tremplin ST n'est pas uniforme. En fait, l'importante concentration de Fer obtenue au moyen du ferrocène perturbe le front de croissance (effet morphactant) durant la réalisation des couches SI-GaN dopées Fer par EPVOM [26, 27]. Par conséquent, le dopage Fer ne peut pas être maintenu de façon continue sur une grande épaisseur de GaN, et il est important de moduler la durée et le flux de ferrocène pour éviter une trop forte rugosification du front de croissance. C'est la raison pour laquelle il y a 3 zones dopées Fer sur la **Figure IV-2**. Une quantité est présente à proximité de l'interface GaN/Saphir pour compenser les effets de l'oxygène et du silicium. Ensuite, le dopage Fer est modulé (2 injections) pour maintenir le caractère fortement isolant du GaN sur toute l'épaisseur du tremplin. L'injection de ferrocène n'est seulement utilisée que sur quelques dizaines de nanomètres avant d'être arrêtée pour permettre le lissage de la surface durant la croissance du reste de la couche de GaN. La forme asymétrique du profil du dopage Fer s'explique par la ségrégation du Fer en surface. La diffusion au sein de la couche de GaN durant la croissance effectuée à une température de 1050°C est également observée [26]. Notons enfin que le Fer atomique perturbe également la surface de GaN durant la croissance par EJM, que ce soit lorsqu'il est obtenu à partir d'une source solide [10] ou lors de la reprise de croissance d'une couche GaN n.i.d. sur un tremplin GaN dopé Fer [29]. En conclusion, l'utilisation d'une seule séquence de dopage Fer n'est pas suffisante pour obtenir la quantité nécessaire à la surface pour compenser la conduction parasite à l'interface de recroissance.

échantillon	tremplin	$h_{recroissance}$ (μm)	$h_{interface}^{CV}$ (μm)	N_{dmin}^{CV} (cm^{-3})	R_{tampon} $V=30\text{V}$ (Ωm)
PTC160	5 μm GaN:Fe(3×10^{19})/saphir	0,50	0,48	$1,7 \times 10^{15}$	$1,0 \times 10^3$
PTC175	3 μm GaN:Fe(5×10^{18})/saphir	0,50	0,46	$2,2 \times 10^{15}$	$1,0 \times 10^4$
PTC250	GaN:(45nm Fe 0,35slm ; 90nm nid) sur 5,8 μm GaN:Fe(5×10^{18})/saphir	0,67	1,36	$2,5 \times 10^{14}$	$8,3 \times 10^7$
PTC253	GaN:(FeN 0,35slm ; 90nm nid) sur 5,8 μm GaN:Fe(5×10^{18})/saphir	0,50	>7	$3,2 \times 10^{12}$	$8,7 \times 10^{10}$
PTC255	GaN:(20nm Fe 0,35slm ; 50nm nid) sur 5,8 μm GaN:Fe(5×10^{18})/saphir	1,10	>7	$3,2 \times 10^{12}$	$3,5 \times 10^{10}$

Tableau IV-1 : propriétés électriques des couches tampon GaN déposées sur tremplin GaN sur substrat saphir. $h_{croissance}$ et $h_{interface}^{CV}$ représentent respectivement la distance théorique et déduite de la mesure C(V)-bille-de-mercure de l'interface de recroissance.

échantillon	tremplin	Effet Hall (300K)			C(V)-Hg
		$R_{s,k}$ (Ohm.sq)	μ (cm ² /V.s)	N_S^{Hall} (cm ⁻²)	N_S^{CV} (cm ⁻²)
PTC160	5µm GaN:Fe(3x10 ¹⁹)/saphir	287	1820	1,2x10 ¹³	8,0x10 ¹²
PTC175	3µm GaN:Fe(5x10 ¹⁸)/saphir	360	1680	1,0x10 ¹³	8,4x10 ¹²
PTC250	GaN:(45nm Fe 0,35slm ; 90nm nid) sur 5,8 µm GaN:Fe(5x10 ¹⁸)/saphir	313	1530	1,3x10 ¹³	1,0x10 ¹³
PTC253	GaN:(FeN 0,35slm ; 90nm nid) sur 5,8 µm GaN:Fe(5x10 ¹⁸)/saphir	304	2039	1,0x10 ¹³	9,3x10 ¹²
PTC255	GaN:(20nm Fe 0,35slm ; 50nm nid) sur 5,8 µm GaN:Fe(5x10 ¹⁸)/saphir	312	2033	9,8x10 ¹²	9,7x10 ¹²

Tableau IV-2 : propriétés de transport du 2DEG des structures HEMTs réalisées sur tremplin GaN sur substrat saphir

IV12. Optimisation du profil de Fer

a. Couche tampon déposée sur Saphir

Nous venons de le voir, l'utilisation de trempins ST (**Figure IV-3a**) ne donne guère de résultats en raison de la trop faible quantité de Fer disponible en surface. Pour remédier à cela, un nouveau type de tremplin SI-GaN:Fe/Saphir avec un profil de Fer optimisé a été développé (tremplin CD **Figure IV-3b**). Il consiste en un tremplin GaN semi-isolant classique compensé dans son volume (tremplin ST), terminé par une zone de GaN dopé Fer de façon continue à une dose d'environ $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, et recouverte par une fine couche de GaN n.i.d.. La zone de surface a fait l'objet d'une autre variante (« tremplin MD » **Figure IV-3c**) qui consiste en une couche dopée de façon planaire (FeN) avec une dose de Ferrocène équivalente à celle utilisée pour les trempins CD, et recouverte par une fine couche de GaN n.i.d..

Ce concept de dopage Fer proche de la surface a fait appel à un compromis entre rugosité durant la reprise d'épitaxie et compensation de la contamination de l'interface. Nous avons choisi de réaliser tout d'abord le tremplin de type ST et d'inspecter sa surface par microscopie optique avant de le ré-introduire dans le réacteur EPVOM pour réaliser la zone de GaN dopé Fer de surface.

La croissance sur ces nouveaux trempins CD et MD nécessite cependant de prendre certaines précautions durant la préparation des échantillons et le démarrage de la croissance. En effet, une rugosité notable est observée sur le diagramme de RHEED durant la reprise de croissance et une couche de GaN n.i.d. de quelques dizaines de nanomètres est nécessaire pour retrouver une surface parfaitement lisse. Cette rugosification de la surface atteste de la présence d'une quantité suffisante de Fer à la surface du tremplin (CD et MD).

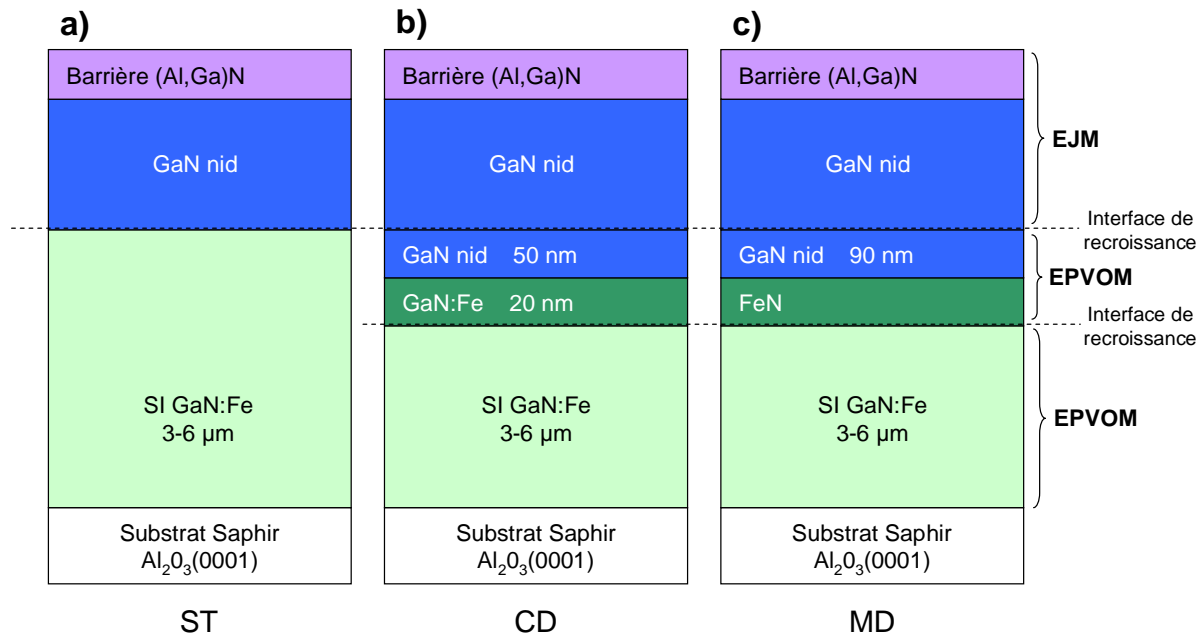


Figure IV-3 : schéma des structures HEMTs épitaxiées sur trempin SI-GaN « classique » (ST), et sur les nouveaux trempins SI-GaN avec dopage Fer continu (CD) et dopage Fer modulé (MD). Les lignes discontinues représentent les interfaces de recroissance

Contrairement aux reprises de croissance sur trempin ST, une reprise d'épitaxie sur trempin CD laisse une quantité de Fer suffisante pour compenser entièrement le dopage de l'interface de recroissance contaminée. En effet, comme on peut le voir sur la **Figure IV-1** et le **Tableau IV-1** (échantillon PTC250), l'interface de recroissance n'est plus visible par la mesure C(V)-bille-de-mercure ($h_{interface}^{CV} > h_{recroissance}$) et la résistance de la couche tampon est relativement élevée ($R_{tampon} = 83 \text{ M}\Omega$). Cependant, l'importante rugosité développée à la surface (**Figure IV-4b**) nous a obligé à réduire ce dopage. Ainsi, l'échantillon PTC255 permet à la fois d'obtenir une morphologie de surface habituelle (**Figure IV-4c**) et des propriétés d'isolation impressionnantes (**Tableau IV-1**) avec une résistance de la couche tampon de $35 \text{ G}\Omega$ et un niveau de dopage résiduel $N_{d\min}^{CV}$ inférieur à $1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ (**Figure IV-1**). La mesure MFA ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) nous donne pour cet échantillon une rugosité *RMS* inférieure à 3 nm et la densité de dislocations traversantes mesurée par MET est inférieure à $5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$. L'échantillon PTC253 (trempin MD), produit des résultats encore plus remarquables avec une résistance de la couche tampon de $87 \text{ G}\Omega$ (**Tableau IV-1**), une mobilité électronique de $2039 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ pour une densité d'électrons du 2DEG de $1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ (**Tableau IV-2**), et aucune interface conductrice détectée par la mesure C(V)-bille-de-mercure (**Figure IV-1**). Notons sur la **Figure IV-4d** la rugosité à grande échelle, conséquence de l'effet morphactant du Fer évoqué plus haut. A plus petite échelle, la morphologie de surface habituellement observée pour du GaN épitaxié par EJM-NH₃ est préservée. Précisons que la rugosité grande échelle était déjà visible par microscopie optique sur le trempin MD avant la reprise d'épitaxie par EJM. Pour cet échantillon PTC253, la rugosité *RMS* mesurée par MFA

($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) varie de 8 à 14,7 nm, et la densité de dislocations traversantes mesurée par MET est comprise entre 6×10^8 et $1 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$.

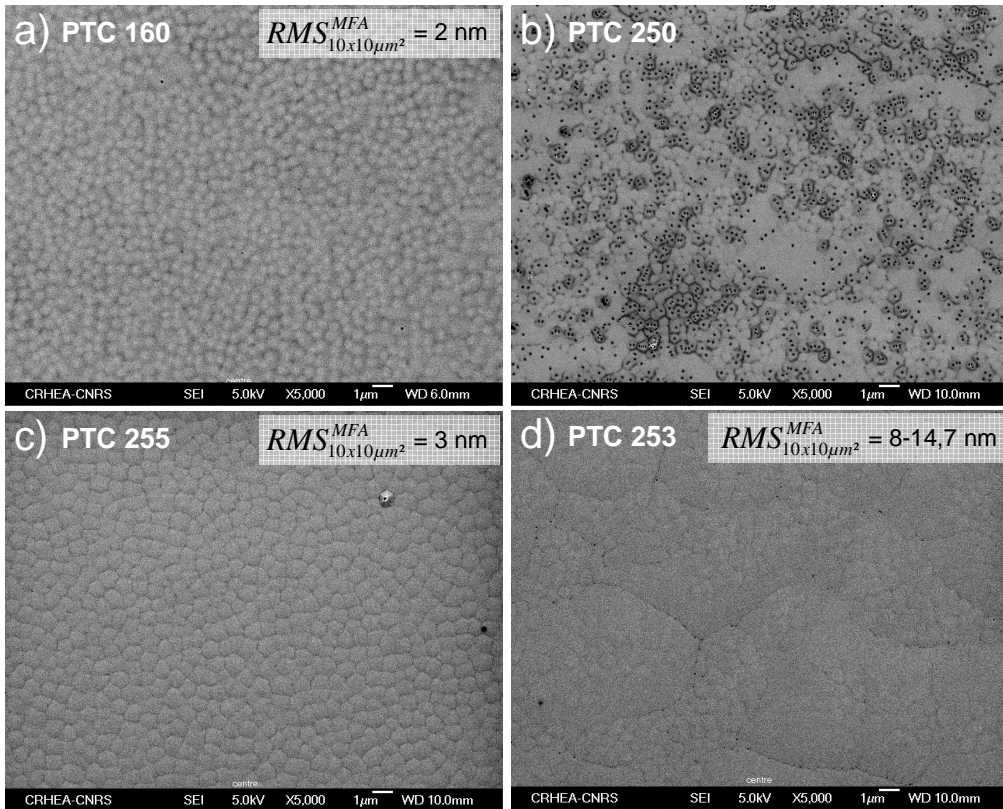


Figure IV-4 : images par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) des échantillons a) PTC160, b) PTC250, c) PTC255 et d) PTC253

Les profils SIMS des échantillons PTC255 et PTC253 sont présentés sur la **Figure IV-5**. Nous pouvons observer la présence de 2 pics de silicium et du pic de Fer à environ $1,1 \mu\text{m}$ et $0,5 \mu\text{m}$ de la surface respectivement pour l'échantillon PTC255 (**Figure IV-5a**) et PTC253 (**Figure IV-5b**).

Le pic de Fer atteint une densité maximale de $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ pour l'échantillon PTC255 et $3,7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ pour l'échantillon PTC253. Dans ce dernier, la quantité plus importante de Fer est responsable de la rugosité à grande échelle observée à la **Figure IV-4d**. Comparé au profil du dopage Fer volumique présent dans les couches inférieures des trempins (**Figure IV-2** et partie droite de la **Figure IV-5a** et **b**), ce deuxième pic de Fer est relativement étroit et symétrique. Ceci est dû à un régime de croissance différent entre l'EJM et l'EPVOM (principalement la température de croissance).

Le pic de silicium est notablement plus élevé à l'interface de recroissance par EPVOM (R1 **Figure IV-5**) qu'à celle par EJM (R2 **Figure IV-5**). Pour les structures HEMTs reprises sur trempin CD (PTC255) et MD (PTC253), la quantité de silicium dans la zone de reprise d'épitaxie est limitée à quelques 10^{17} cm^{-3} alors qu'elle était estimée à environ $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ dans le cas d'un trempin ST (PTC160 et PTC175). Il est possible que la présence de Fer ou de Ferrocène à la surface du GaN puisse limiter l'incorporation de silicium durant l'exposition à l'air ou l'étape de reprise d'épitaxie [13].

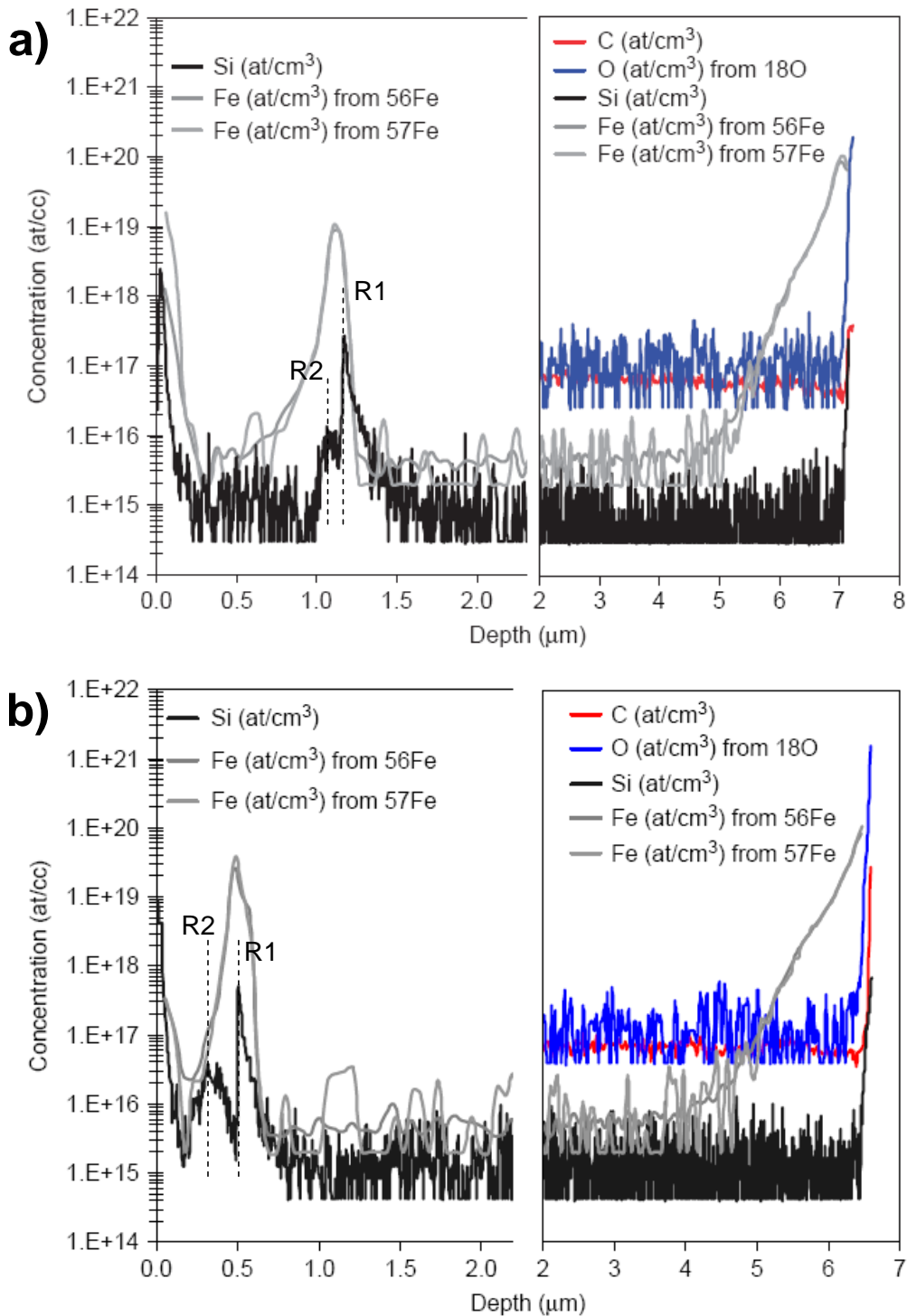


Figure IV-5 : profil SIMS montrant les contaminants et le Fer dans la structure HEMT PTC255 (trempin CD) (a) et PTC253 (trempin MD) (b). R1 et R2 indiquent respectivement les reprises de croissance EPVOM / EPVOM et EJM / EPVOM.

b. Caractéristiques de sortie du transistor HEMT

Les caractéristiques de sortie du transistor HEMT pour les échantillons PTC255 (trempin CD) et PTC253 (trempin MD) sont présentées à la **Figure IV-6** et les principaux résultats sont reportés dans le **Tableau IV-3**. Un courant de drain de saturation I_{dss} de 325 et 345 mA/mm est obtenu respectivement pour PTC255 et PTC253, pour une tension de grille $V_{gs} = 0V$ et une tension de drain $V_{ds} \sim 6V$. Une transconductance maximale G_m^{\max} de 80 et 90 mS/mm est mesurée pour une tension de grille $V_{gs} = -2V$. La tension de pincement est évaluée à -5,5V avec un courant de fuite I_{ds}^{fuite} à $V_{ds} = 10V$ d'environ 0,3 mA/mm pour PTC255 et 9μA/mm pour PTC253. Les résistances de contacts ohmiques R_c élevées pour les échantillons PTC253 et PTC255 expliquent le faible courant de saturation I_{dss} et la faible transconductance G_m^{\max} .

Le bon comportement au pincement des HEMTs PTC253 et PTC255 réalisés sur substrat saphir confirme la bonne isolation électrique des couches tampon présentée précédemment. Les courants de fuite relevés sur l'échantillon PTC253 varient entre 5 et 100 μA/mm à $V_{ds} = 100V$ et $V_{gs} = -7V$, tandis que les courants de fuite de la grille Schottky varient de 7 à 80 μA/mm. Notons que les courants de fuite mesurés sur l'échantillon PTC255 (<500 μA/mm à $V_{ds} = 100V$ et $V_{gs} = -7V$) sont dus en grande partie aux courants de fuite de la grille (20-350μA/mm).

	HEMT (Al,Ga)N/GaN sur substrat	Transistor $W_g = 150 \mu m$							
		R_c (Ohm.mm)	L_g (μm)	D_{sd} (μm)	V_p (V)	I_{gs}^{fuite} $V_{gs}=V_p - 1V$ (A/mm)	I_{ds}^{fuite} $V_{gs}=V_p - 1V$ $V_{ds}=10V$ (A/mm)	I_{dss} $V_{gs}=0V$ (A/mm)	G_m^{\max} (mS/mm)
PTC253	saphir	10	4	12	-5,5	$1,98 \times 10^{-5}$	$8,71 \times 10^{-6}$	0,345	90
PTC255	saphir	5	3	12	-5,5	$1,90 \times 10^{-4}$	$3,06 \times 10^{-4}$	0,325	80
PTC254	silicium	1	3	12	-5,4	$2,77 \times 10^{-4}$	$1,10 \times 10^{-4}$	0,431	104
PTC240	silicium	0,5	4	11	-4,7	$8,47 \times 10^{-5}$	$1,03 \times 10^{-4}$	0,401	110

Tableau IV-3 : principaux résultats des caractéristiques de sortie de transistors réalisés sur les structures HEMTs sur trempins GaN déposés sur substrat saphir ou silicium

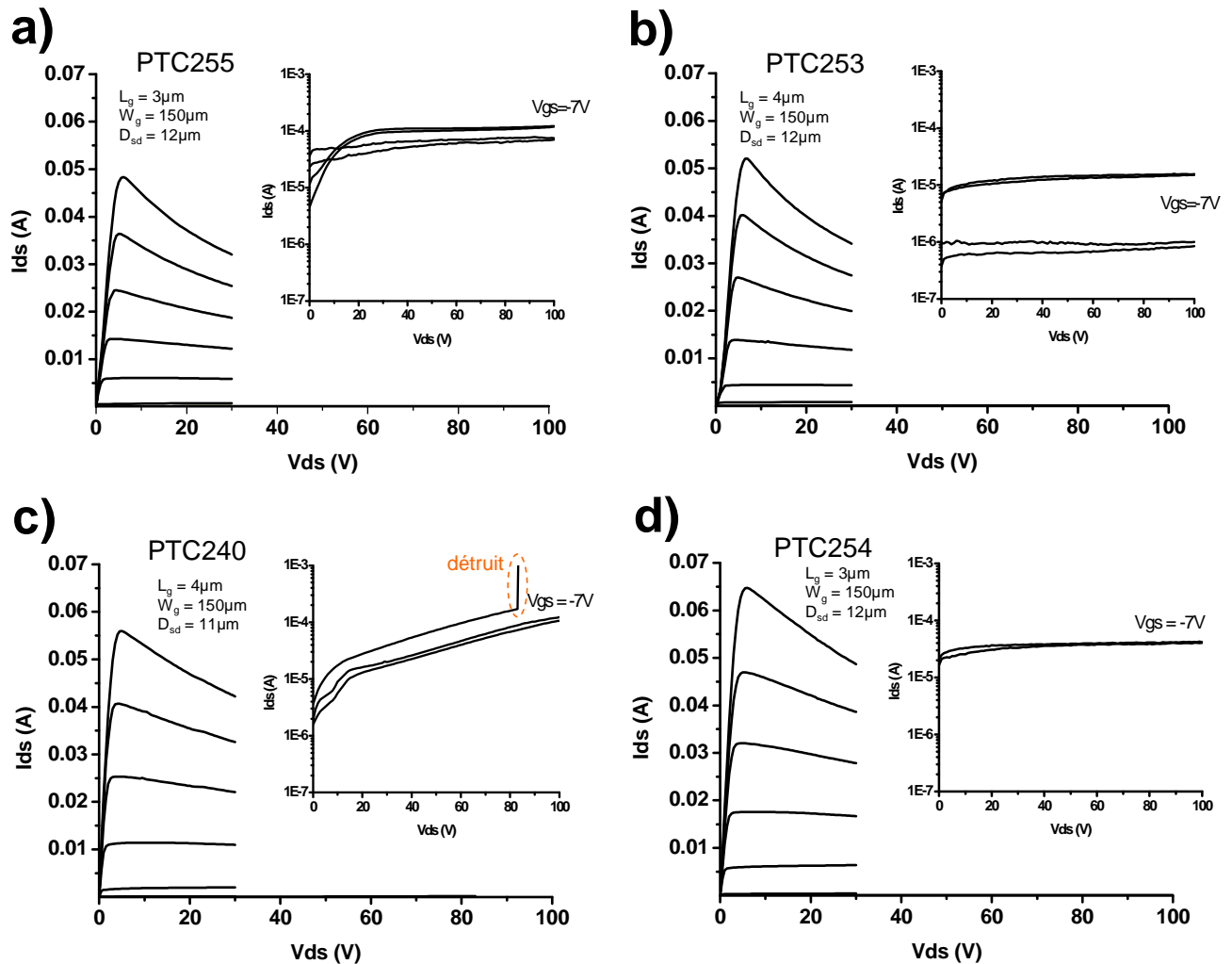


Figure IV-6 : caractéristiques de sortie de transistors avec grille Schottky de longueur $L_g = 3-4 \mu\text{m}$ et de largeur $W_g = 150 \mu\text{m}$ réalisés sur les structures HEMTs PTC255 (a) et PTC253 (b) sur trempin GaN dopés Fer sur substrat saphir, ainsi que sur les structures HEMTs PTC240 sur substrat Si(111) (c) et PTC254 avec un tampon GaN dopé Fer sur substrat Si(111) (d). En insert sont montrés les caractéristiques de sortie (courant de fuite) de transistors pincés ($V_{gs} = -7\text{V}$). Les fluctuations du courant de fuite sont dues aux fluctuations technologiques.

c. Couche tampon déposée sur Si(111)

Ce concept de dopage Fer proche de la surface pour compenser la contamination à l'interface de reprise d'épitaxie semble également fonctionner sur des couches tampon GaN déposées sur silicium. Les échantillons ont été réalisés dans ce cas en 3 étapes : croissance par EJM- NH_3 d'un tampon GaN sur silicium, croissance par EPVOM d'un fin film GaN dopé Fer (CD ou MD) recouverte d'une couche GaN n.i.d., puis reprise de croissance par EJM- NH_3 d'une structure HEMT (**Figure IV-7b** et c). La zone dopée Fer réalisée par EPVOM a été optimisée (épaisseurs et flux de Ferrocène) pour que la reprise de GaN par EJM ne soit pas trop perturbée par la présence du Fer. Nous présentons ici deux échantillons PTC254 et PTC258 aux résultats les plus significatifs. Nous n'avons pas pu réaliser la

barrière (Al,Ga)N sur l'échantillon PTC258 pour cause d'un problème survenu sur la cellule d'aluminium.

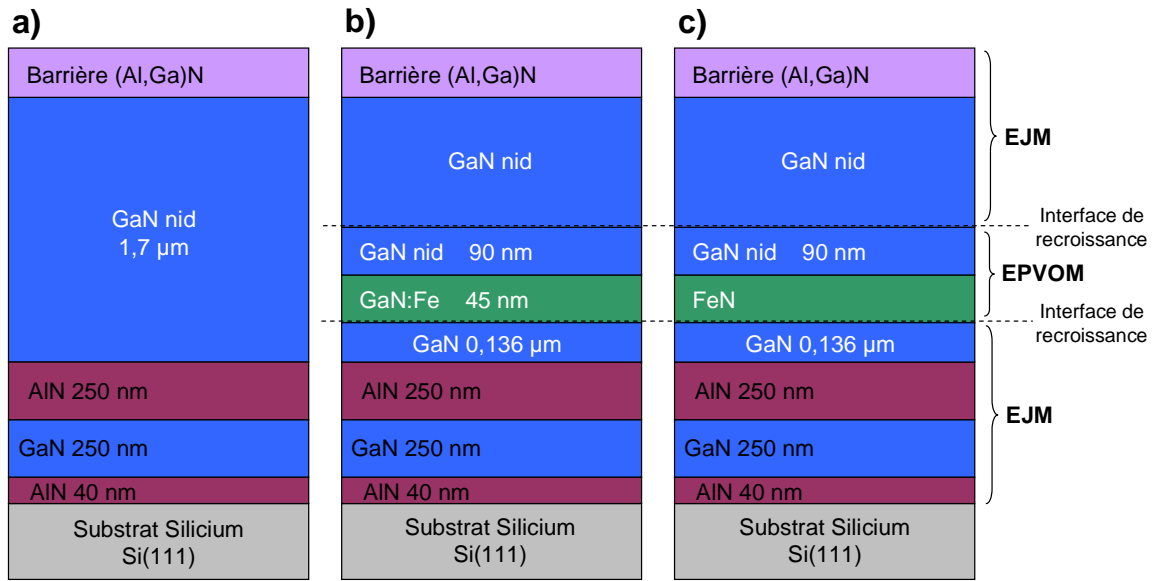


Figure IV-7 : schéma d'une structure HEMT épitaxiée sur substrat Silicium (a) avec une nouvelle couche tampon GaN dopée Fer de façon continue (b) et de façon planaire (c). Les lignes discontinues représentent les interfaces de recroissance

Les propriétés électriques des couches tampon sont reportées dans le **Tableau IV-4**. Les propriétés de transport du 2DEG et les caractéristiques de sortie du transistor de la structure HEMT PTC254 sont respectivement reportées dans les **Tableau IV-5** et **Tableau IV-3** ainsi que sur la **Figure IV-6**.

échantillon	tremplin	$l_{recroissance}$ (μm)	$l_{interface}^{CV}$ (μm)	N_{dmin}^{CV} (cm^{-3})	R_{tampon} $V=30\text{V}$ (Ω)
PTC254	GaN:(45nm Fe 0,35slm ; 90nm nid) sur 0,136 μm GaN/Si(111)	1,46	1,76	$9,0 \times 10^{13}$	$8,0 \times 10^7$
		<i>recuit</i> 1,46	<i>recuit</i> 2,06	<i>recuit</i> $7,4 \times 10^{13}$	<i>recuit</i> $2,7 \times 10^9$
PTC258	GaN:(FeN 0,35slm ; 90nm nid) sur 0,136 μm GaN/Si(111)	1,40	1,92	$2,8 \times 10^{14}$	$2,5 \times 10^9$
PTC240	1,7 μm GaN nid /Si(111)	-	1,37	$2,9 \times 10^{14}$	$3,5 \times 10^7$

Tableau IV-4 : propriétés électriques des couches tampon GaN déposées sur Si(111)

échantillon	tremplin	Effet Hall (300K)			C(V)-Hg
		R_{sh} (Ohm.sq)	μ (cm ² /V.s)	N_S^{Hall} (cm ⁻²)	N_S^{CV} (cm ⁻²)
PTC254	GaN:(45nm Fe 0,35slm ; 90nm nid) sur 0,136 μ m GaN/Si(111)	339	1836	$1,0 \times 10^{13}$	$9,2 \times 10^{12}$
		<i>recuit</i> 344	<i>recuit</i> 1670	<i>recuit</i> $1,1 \times 10^{13}$	<i>recuit</i> $8,8 \times 10^{12}$
PTC240	1,7 μ m GaN nid /Si(111)	357	1851	$9,5 \times 10^{12}$	$8,2 \times 10^{12}$

Tableau IV-5 : propriétés de transport du 2DEG des structures HEMTs réalisées sur tremplin GaN sur substrat Silicium

Comme nous pouvons le voir sur les images MEB présentées **Figure IV-8**, la morphologie de surface obtenue est tout à fait habituelle. Rappelons que le Fer diffuse difficilement aux températures utilisées durant la croissance EJM. Nous avons pu observer que sous l'effet d'un recuit haute température (1000°C sous N₂ dans le réacteur EPVOM), le Fer diffuse suffisamment pour compenser en partie le dopage résiduel des couches enterrées AlN/GaN, ce qui pourrait être un avantage pour les applications transistors (**Figure IV-9**). La conséquence d'un tel recuit est une amélioration notable du caractère isolant des couches tampon avec une résistance R_{tampon} qui passe de 80 M Ω à 2,7 G Ω (**Tableau IV-4**). Notons tout de même que le recuit haute température modifie notablement la morphologie de surface de la structure (**Figure IV-8b**) et semble également affecter les propriétés de transport du 2DEG (**Tableau IV-5**).

Comme nous avons pu le constater sur substrat saphir, le dopage Fer planaire (MD) semble également plus efficace que le dopage continu (CD) dans le cas d'une reprise de croissance sur substrat silicium. En effet, l'échantillon PTC258 affiche une résistance R_{tampon} remarquable de 2,5 G Ω , qui est 100 fois supérieure à celle d'une structure HEMT de référence (PTC240 **Tableau IV-4**). Dans le cas de la mesure de la résistance R_{tampon} , le courant mesuré entre 2 contacts ohmiques séparés par une mesa pourrait être plus un courant de surface qu'un réel courant de volume. Dans ce cas, la mesure de la résistance R_{tampon} pourrait être influencée par l'état de la surface du fond de la mesa ; la présence de Fer pourrait alors réduire le courant de surface.

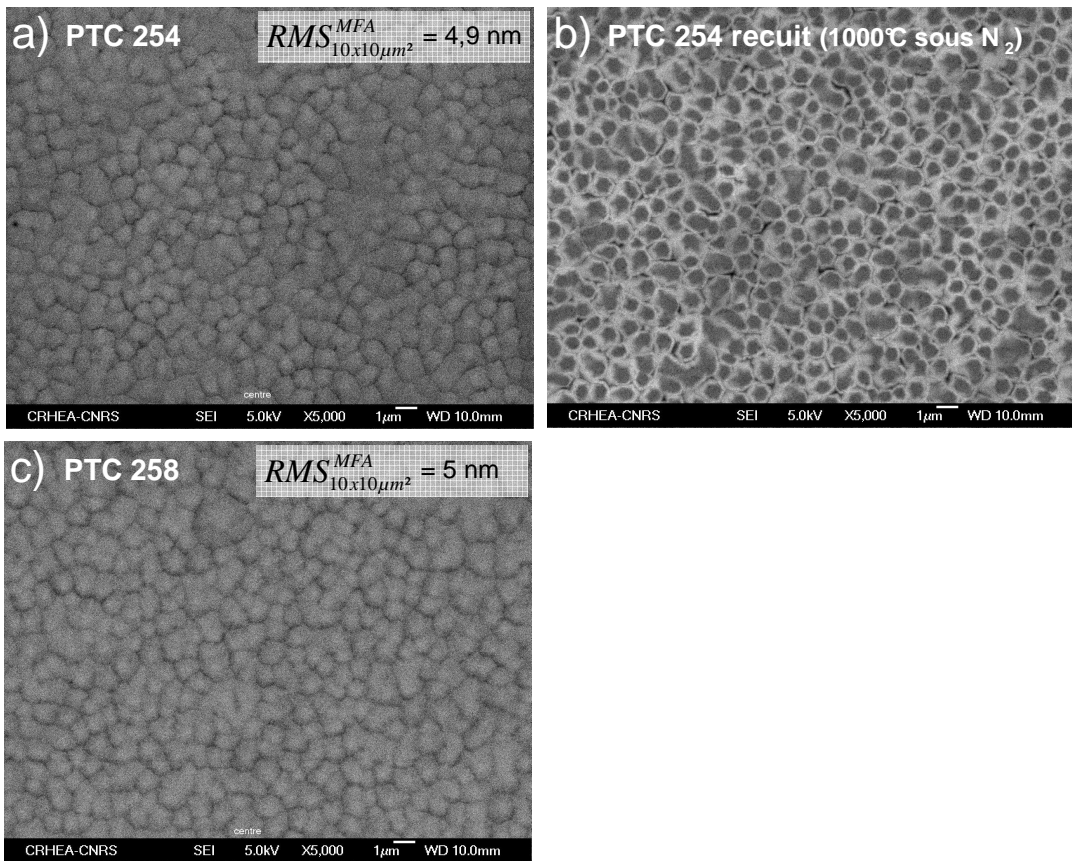


Figure IV-8 : images par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) des échantillons PTC254 non recuit (a) et recuit (b), ainsi que PTC258 non recuit (c)

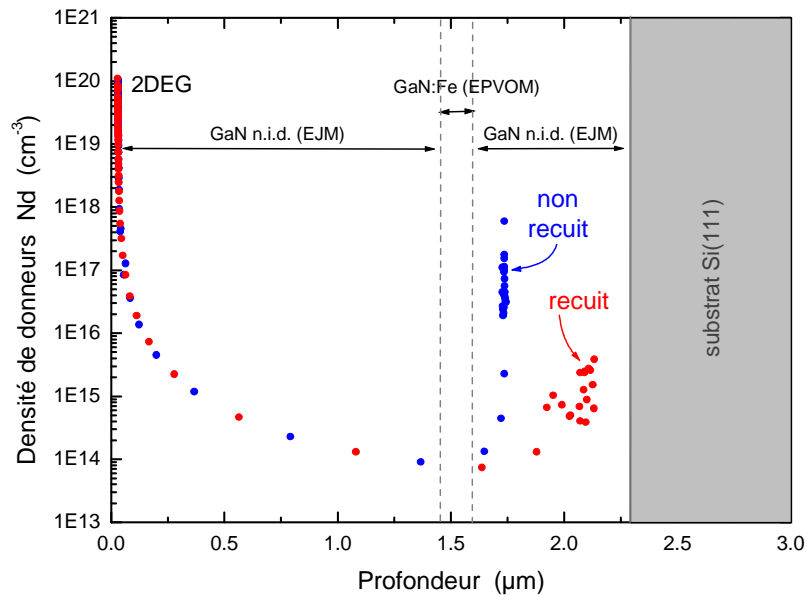


Figure IV-9 : profil de porteurs déduit de la mesure Capacité-Tension C(V)-bille-de-mercure (100 kHz) dans la structure HEMT PTC254 non recuite (ronds bleus) et recuite à 1000°C sous flux d'azote (ronds rouges)

Nous pouvons, pour la première fois, effectuer une comparaison entre dispositifs réalisés avec la même zone active par la même technique de croissance (EJM-NH₃) sur des substrats différents. Ainsi, les échantillons sur tremplin GaN (PTC253 et PTC255) peuvent être comparés à des échantillons réalisés sur substrat silicium Si(111) tel que le HEMT PTC240, ici utilisé comme référence, et le HEMT PTC254 réalisé en 3 étapes (**Figure IV-7**). A canal ouvert, les HEMTs présentent une chute du courant de drain I_{ds} à mesure que V_{ds} augmente. A $V_{gs} = 0V$, cette chute de courant est de l'ordre de 25% pour les structures HEMTs sur Si(111) et de 34% pour les structures HEMTs sur trempins GaN/Saphir (**Figure IV-6**). Etant donné que ces dernières présentent des densités de dislocations traversantes inférieures d'un ordre de grandeur aux structures HEMTs sur Si(111), nous pouvons attribuer l'essentiel de cette chute du courant de drain à l'échauffement du canal du transistor et/ou aux pièges de surface, et non pas à la présence des dislocations. Au vu des caractéristiques de sortie présentées à la **Figure IV-6**, nous confirmons que la dissipation thermique est plus efficace sur substrat silicium. Cependant, le courant de fuite de tampon visible au pincement du HEMT PTC240 confirme les limitations déjà évoquées avec un courant qui varie de manière exponentielle avec la tension, pour atteindre 0,6 mA/mm à 100V. De plus, à partir de $V_{ds} = 80V$, nous avons pu constater la dégradation irréversible de bon nombre de composants testés. Malgré le peu de maturité de cette approche et le fait qu'elle consiste en une reprise d'épitaxie, le HEMT PTC254 réalisé sur Si(111) présente un courant de fuite variant beaucoup moins vite avec la tension de drain et limité à 0,27 mA/mm à 100V. Ce résultat montre tout l'intérêt de recourir à un dopage de type p avec un niveau profond pour compenser les donneurs résiduels sur un substrat comme le silicium.

IV13. Effet Hall en température

Plusieurs séries de mesures d'effet Hall en température ont été réalisées par le Groupe d'Etudes des Semi-conducteurs (GES) de l'Université de Montpellier sur quelques uns des échantillons étudiés dans ce chapitre.

La **Figure IV-10** présente l'évolution de la densité de charge N_s du 2DEG avec la température pour les échantillons PTC253, PTC254 et PTC255. En ajoutant une charge supplémentaire au 2DEG activée avec une énergie de 1,1-1,2 eV, nous arrivons à simuler correctement les points de mesure. Cette énergie d'activation est bien supérieure à celles rencontrées habituellement dans les structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN épitaxiées sur substrat Si(111) [9]. En effet, au-delà d'une certaine température (typiquement 400-500 K), lorsque l'énergie thermique est suffisante, les électrons initialement piégés peuvent être libérés dans la couche tampon (énergie d'activation de l'ordre de 450 à 650 meV) et quitter ainsi les niveaux profonds introduits par les dislocations (estimé entre 0,5 et 1 eV sous la bande de conduction du GaN). Par conséquent, pour les échantillons PTC253, PTC254 et PTC255, nous avons bien une signature d'un niveau plus profond pouvant être associé au Fer

($400\text{meV} \leq E_{Fer} \leq 1,5\text{eV}$ sous la bande de conduction du GaN) [19, 30]. Notons la différence de comportement entre les échantillons PTC254 et PTC255 (dopage Fer continu CD) et l'échantillon PTC253 (dopage Fer planaire MD). Les fuites parasitant les mesures du N_s apparaissent à une température plus élevée pour l'échantillon PTC253 (500°C). Ceci prouve encore une fois la meilleure efficacité du dopage planaire (MD) comparé au dopage continu (CD).

La **Figure IV-11** montre l'évolution de la mobilité électronique μ en fonction de la température. Les HEMTs PTC255 et PTC253 épitaxiés sur saphir affichent une mobilité supérieure à 25000 $\text{cm}^2/\text{V.s}$ pour $T = 3\text{-}15\text{K}$ et $N_s = 0,9\text{-}1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$. Une mobilité de 31000 $\text{cm}^2/\text{V.s}$ est atteinte ($T = 3\text{K}$ et $N_s = 9,25 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$) pour l'échantillon PTC255. A notre connaissance, ces mobilités sont les plus hautes reportées à ce jour pour des densités de porteurs aussi élevées dans le système (Al,Ga)N/GaN. Dans le cas de structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN dopées Fer épitaxiées par EPVOM sur substrat saphir, Z. Bougrioua *et al* [11] ont reporté une mobilité maximale de 18600 $\text{cm}^2/\text{V.s}$ pour $T = 12\text{-}26\text{K}$ et $N_s = 4,8 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$.

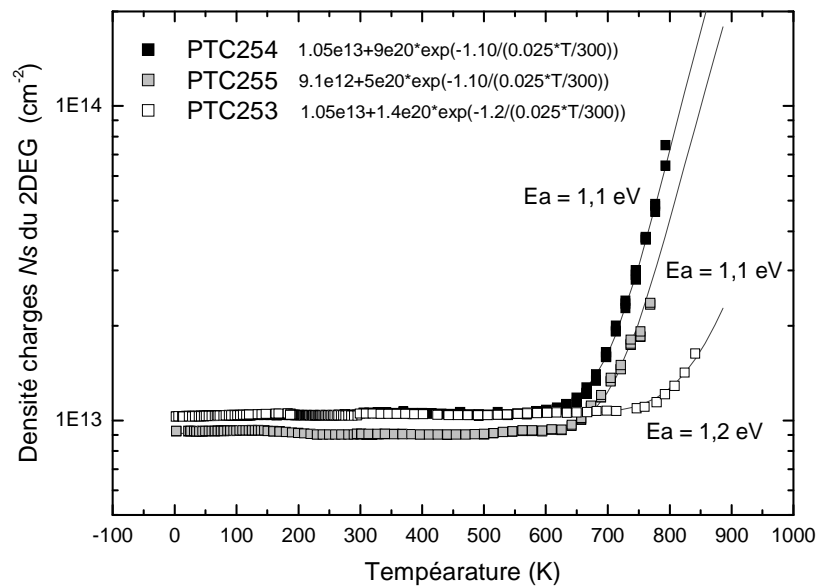


Figure IV-10 : densité de charges surfacique N_s du 2DEG en fonction de la température pour les structures HEMT PTC254 (carrés noirs), PTC255 (carrés gris) et PTC253 (carrés blancs). Les lignes continues correspondent à la variation de la densité de charge N_s calculée en fonction de la température (les équations sont sur la figure)

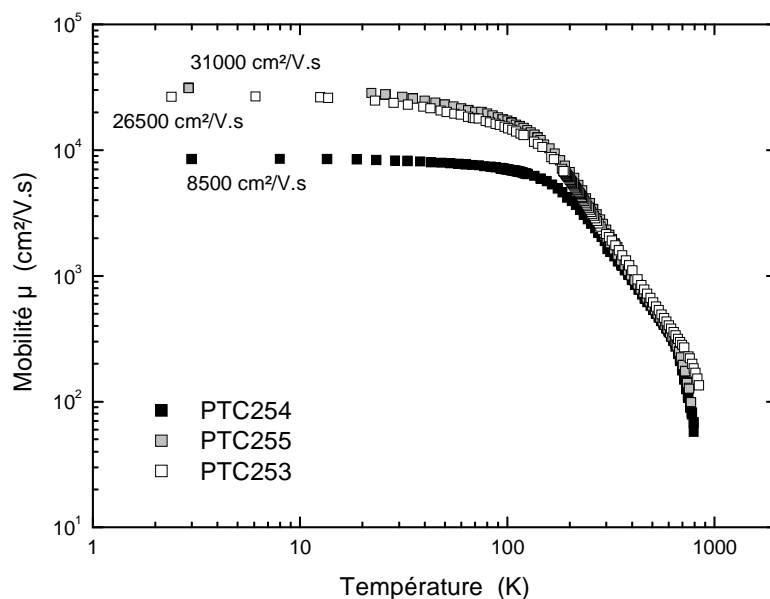


Figure IV-11 : mobilité μ des électrons en fonction de la température pour les structures HEMT PTC254 (carrés noirs), PTC255 (carrés gris) et PTC253 (carrés blancs)

IV2. Le Carbone comme élément accepteur

En 1999 Webb et al [31] ont démontré que le Carbone pouvait être utilisé comme élément dopant pour obtenir des couches GaN semi-isolantes ($>10^8$ Ohm.cm). Plusieurs sources gazeuses telles que CH_4 [17], CCl_4 et CS_2 [21] ou encore CBr_4 [23], sont aujourd'hui utilisées pour obtenir des couches (Al,Ga)N semi-isolantes par incorporation de l'élément Carbone. Contrairement au dopage Fer évoqué plus haut, le dopage Carbone présente des profils de dopage abrupts, sans diffusion ni ségrégation, et aucun effet mémoire n'est observé dans la chambre de croissance. De plus, l'incorporation de l'élément Carbone est assez aisée et ne présente pas d'impact notable sur la qualité des couches épitaxiées, excepté pour le CCl_4 qui est susceptible de graver le GaN. Toutes ces caractéristiques font du Carbone un élément dopant avantageux pour les applications de type HEMT qui ont besoin à la fois de couches tampon hautement résistives et d'un canal sans éléments accepteurs qui nuiraient au transport dans le 2DEG.

Les propriétés électriques des couches GaN dopées Carbone (SI-GaN:C) ont été étudiées par différents laboratoires [21, 22, 32]. L'évolution de la résistivité du tampon GaN en fonction de la température donne des énergies d'activation variant de 0,3 à 1,2 eV selon la concentration en Carbone. Les différentes études par photoluminescence des propriétés optiques des couches SI-GaN:C montrent

que le pic associé au Carbone se situe au alentour des 3eV (recombinaisons donneurs-accepteurs) [21-25].

Les échantillons présentés dans cette étude ont été réalisés au laboratoire NRC-IMS (Institute for Microstructural Sciences - National Research Council of Canada, Ottawa) par Fabrice Semond dans un réacteur EJM-NH₃ SVTA S35N utilisant le méthane (CH₄) comme source de Carbone. L'échantillon PTC240 a été réalisé au CRHEA et sert ici d'échantillon de comparaison. Les HEMTs réalisées au NRC-IMS présentent la même zone active : GaN(2nm)/Al₃₀Ga₇₀N(20nm)/AlN(1nm). La seule différence notable avec la zone active utilisée au CRHEA se situe au niveau de l'épaisseur du cap de GaN. L'échantillon PTC240 présente une zone active avec un cap GaN plus épais : GaN(5nm)/Al₃₀Ga₇₀N(21nm)/AlN(1nm). La structure des couches enterrées (notée (Al,Ga)N dans le **Tableau IV-6**) des échantillons réalisés au NRC-IMS est identique à celle utilisée au CRHEA : AlN(250nm)/GaN(250nm)/AlN(42nm)/Si(111). La concentration en Carbone des couches GaN:C est d'environ $1-2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. La structure des échantillons est détaillée dans le **Tableau IV-6**.

IV21. Propriétés structurales

La structure des échantillons de l'étude ainsi que quelques unes de leurs propriétés structurales sont données dans le **Tableau IV-6** ci-dessous :

échantillon	structure	$LMH(0002)_{GaN}^{DRX}$ (arcsec)	LMH_{PI}^{10K} (meV)	ϵ_{xx} à 300K (déduit de la PL à 10K) (%)
PTC240	HEMT / GaN n.i.d. 1,7 μm /(Al,Ga)N / Si(111)	1080	12	0,08
B121207	HEMT / GaN n.i.d. 1,7 μm /(Al,Ga)N / Si(111)	-	16	0,06
B100108	HEMT / GaN n.i.d. 1,7 μm /(Al,Ga)N / Si(111)	684	15	0,13
B150108	HEMT / GaN n.i.d. 0,3 μm / GaN:C ($1-2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) 1,4 μm /(Al,Ga)N / Si(111)	792	17	0,10
B170108	HEMT / GaN n.i.d. 0,3 μm / GaN:C ($1-2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) 1,4 μm /(Al,Ga)N / Si(111)	828	18	0,14
B210108	HEMT / GaN n.i.d. 0,3 μm / GaN:C ($1-2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) 0,8 μm / GaN n.i.d. 0,5 μm /(Al,Ga)N / Si(111)	720	20	0,16
B220108	HEMT / GaN n.i.d. 0,1 μm / GaN:C ($1-2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) 1,3 μm / GaN n.i.d. 0,3 μm /(Al,Ga)N / Si(111)	828	19	0,11

Tableau IV-6 : structure des échantillons de l'étude et principales propriétés structurales

Comme on peut le voir dans le **Tableau IV-6**, les structures HEMTs réalisées au NRC-IMS présentent des couches GaN plus contraintes en tension (ε_{xx} à 300K déduit de la PL à 10K, voir **Chapitre I paragraphes I12 et I25d**) et une *LMH* du pic du bord de bande (PL à 10K) plus importante que celles des structures HEMTs réalisées au CRHEA (PTC240). En revanche, et malgré le fait que l'échantillon PTC240 présente exceptionnellement une *LMH* de la raie symétrique (0002) du GaN élevée (1080 arcsec), le GaN épitaxié au NRC-IMS présente globalement une $LMH(0002)_{GaN}^{DRX}$ comparable à celle des couches GaN épitaxiées au CRHEA ($700 < LMH(0002)_{GaN}^{DRX} < 900$). La *LMH* de la raie asymétrique (30-32) du GaN n'a pas été mesurée sur les échantillons réalisés au NRC-IMS, mais les valeurs obtenues pour la déformation biaxiale ε_{xx} et la LMH_{PL}^{10K} semblent indiquer un matériau de moins bonne qualité structurale comparée aux structures réalisées au CRHEA, avec sans doute une densité de défauts (dislocations traversantes) plus élevée. En effet, une déformation biaxiale ε_{xx} plus importante traduit une relaxation plus rapide de la couche tampon GaN via les défauts (voir **Chapitre III paragraphe III11**), et la *LMH* du pic du bord de bande (PL à 10K) est reliée à la présence de défauts et d'impuretés dans le GaN.

Les couches GaN n.i.d. (**Figure IV-12a**) ou dopées Carbone (**Figure IV-12b**) réalisées au NRC-IMS présentent une morphologie de surface vue par MEB identique à celle que l'on trouve habituellement pour des couches GaN/Si(111) épitaxiées par EJM-NH₃. Le fait que la morphologie de la couche GaN dopée Carbone (**Figure IV-12b**) ne soit pas strictement identique à celle d'une couche non dopée (**Figure IV-12a**) semblerait être lié plus à une différence de température de croissance qu'au dopage Carbone. En revanche, la présence de trous en surface de la couche GaN dopée Carbone (**Figure IV-12b**) serait liée à la mauvaise pureté de la source méthane (CH₄) qui n'est ici que de type 4N (pureté à 99,99%). Pour une utilisation EJM, il serait préférable d'utiliser un méthane de type 6N ou 7N.

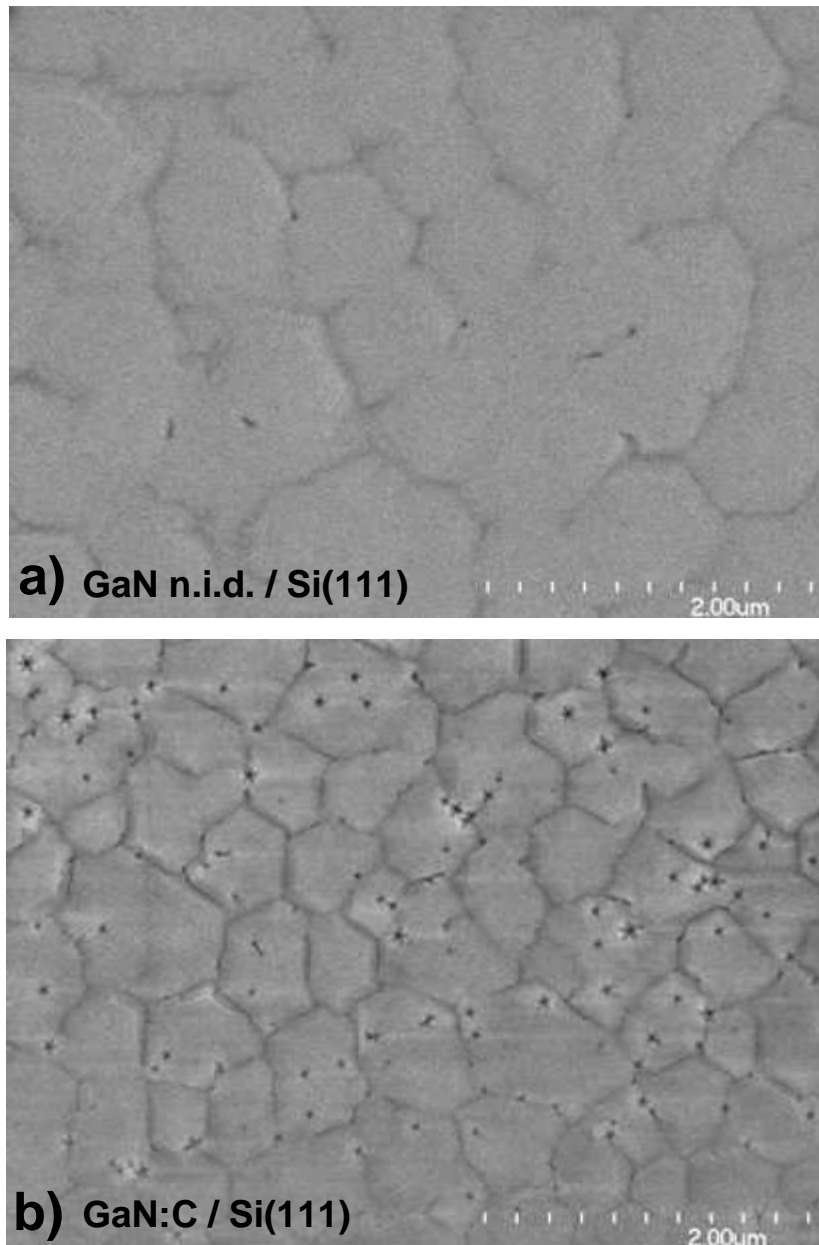


Figure IV-12 : images par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) de la surface d'une couche GaN n.i.d. (a) et GaN dopé Carbone (b) sur substrat Si(111) réalisées au laboratoire NRC-IMS (Institute for Microstructural Sciences - National Research Council of Canada, Ottawa) dans un réacteur EJM-NH₃ SVTA S35N utilisant le méthane (CH₄) comme source de Carbone

IV22. Propriétés électriques

Les **Tableaux IV-7, IV-8 et IV-9** ci-dessous présentent respectivement les propriétés électriques des couches tampon, les propriétés de transport du 2DEG et les principaux résultats des caractéristiques de sortie de transistors HEMTs.

Précisons que les mesures d'Effet Hall (300K) ont été réalisées au NRC (ACCENT HL 5500 *Hall Effect measurement system*), excepté pour l'échantillon PTC240 (CRHEA). Les procédés

technologiques pour la réalisation des transistors, ainsi que toutes les autres caractérisations évoquées par la suite ont été effectués au CRHEA.

échantillon	HEMT (Al,Ga)N/GaN	$l_{\text{recroissance}}$ (μm)	$l_{\text{interface}}^{\text{CV}}$ (μm)	$N_{\text{dmin}}^{\text{CV}}$ (cm^{-3})	R_{tampon} $V=30\text{V}$ (Ohm)
PTC240	n.i.d.	-	1,37	$2,9 \times 10^{14}$	$3,5 \times 10^7$
B121207	n.i.d.	-	1,58	$1,0 \times 10^{14}$	$6,7 \times 10^9$
B100108	n.i.d.	-	1,43	$1,5 \times 10^{14}$	$7,4 \times 10^9$
B150108	dopé C	-	1,84	$5,2 \times 10^{13}$	$1,6 \times 10^9$
B170108	dopé C	-	1,90	$5,7 \times 10^{13}$	$3,7 \times 10^8$
B210108	reprise dopée C	1,11	1,20	$1,7 \times 10^{14}$	$3,2 \times 10^6$
B220108	reprise dopée C	1,44	1,49	$1,2 \times 10^{14}$	$3,1 \times 10^8$

Tableau IV-7 : propriétés électriques des couches tampon des structures HEMTs réalisées sur substrat silicium. La couche tampon GaN est déposée sur un empilement spécifique $\text{AlN}_{250\text{nm}}/\text{GaN}_{250\text{nm}}/\text{AlN}_{40\text{nm}}/\text{Si}(111)$ (voir Chapitre II paragraphe II3)

échantillon	HEMT (Al,Ga)N/GaN	Effet Hall (300K)			C(V)-Hg
		R_{sh} (Ohm.sq)	μ ($\text{cm}^2/\text{V.s}$)	$N_{\text{S}}^{\text{Hall}}$ (cm^{-3})	N_{S}^{CV} (cm^{-3})
PTC240	n.i.d.	357	1851	$9,5 \times 10^{12}$	$8,2 \times 10^{12}$
B121207	n.i.d.	337	1450	$1,3 \times 10^{13}$	$8,5 \times 10^{12}$
B100108	n.i.d.	386	1410	$1,2 \times 10^{13}$	$8,5 \times 10^{12}$
B150108	dopé C	311	1530	$1,3 \times 10^{13}$	$1,0 \times 10^{13}$
B170108	dopé C	309	1480	$1,4 \times 10^{13}$	$9,8 \times 10^{12}$
B210108	reprise dopée C	305	1460	$1,4 \times 10^{13}$	$1,0 \times 10^{13}$
B220108	reprise dopée C	296	1580	$1,3 \times 10^{13}$	$1,2 \times 10^{13}$

Tableau IV-8 : propriétés de transport du 2DEG des structures HEMTs réalisées sur substrat Silicium. La couche tampon GaN est déposée sur un empilement spécifique $\text{AlN}_{250\text{nm}}/\text{GaN}_{250\text{nm}}/\text{AlN}_{40\text{nm}}/\text{Si}(111)$ (voir Chapitre II paragraphe II3)

échantillon	HEMT (Al,Ga)N/GaN	Transistor $W/g = 150 \mu\text{m}$							
		R_c (Ohm.mm)	grille (μm)		V_p (V)	I_{gs}^{fuite} $V_{gs}=V_p - 1V$ (A/mm)	I_{ds}^{fuite} $V_{gs}=V_p - 1V$ $V_{ds}=10V$ (A/mm)	I_{dss} $V_{gs}=0V$ (A/mm)	G_m^{max} (mS/mm)
			L_g	D_{sd}					
PTC240	n.i.d.	0,51	2	9	-4,7	$4,16 \times 10^{-5}$	$8,75 \times 10^{-5}$	0,505	134
B121207	n.i.d.	0,16	3	13	-5,1	$1,59 \times 10^{-4}$	$9,27 \times 10^{-5}$	0,392	101
B100108	n.i.d.	1,14	3	13	-4,5	$2,94 \times 10^{-4}$	$2,07 \times 10^{-4}$	0,393	100
B150108	dopé C	0,88	2	13	-5,1	$2,62 \times 10^{-4}$	$1,87 \times 10^{-4}$	0,487	121
B170108	dopé C	0,52	3	13	-5,1	$2,88 \times 10^{-4}$	$3,15 \times 10^{-4}$	0,465	132
B210108	reprise dopée C	0,13	3	11	-5,2	$2,99 \times 10^{-4}$	$3,48 \times 10^{-4}$	0,519	127
B220108	reprise dopée C	0,45	2	12	-5,8	$1,45 \times 10^{-2}$	$4,97 \times 10^{-3}$	0,570	127

Tableau IV-9 : principaux résultats des caractéristiques de sortie de transistors réalisés sur les structures HEMTs réalisées sur substrat Silicium. La couche tampon GaN est déposée sur un empilement spécifique $\text{AlN}_{250\text{nm}}/\text{GaN}_{250\text{nm}}/\text{AlN}_{40\text{nm}}/\text{Si}(111)$ (voir Chapitre II paragraphe II3)

a. HEMT (Al,Ga)N/GaN non dopé sur Si(111)

Comparées aux structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN n.i.d. sur Si(111) réalisées au CRHEA (PTC240), les structures HEMTs réalisées au NRC (B121207 et B100108) semblent présenter de meilleures propriétés d'isolation des couches tampon ($R_{\text{tampon}} > 5 \text{ G}\Omega$ **Tableau IV-7**). Cependant, cette observation se trouve contredite par les mesures de courants de fuite de drain ($I_{ds}^{fuite} \sim 0,09-0,2 \text{ mA/mm}$ à $V_{ds} = 10V$ **Tableau IV-9**) qui sont plus importants que ceux observés pour l'échantillon de référence PTC240. Les propriétés de transport du 2DEG sont quant à eux similaires ($330 \text{ Ohm.sqr} < R_{sh} < 400 \text{ Ohm.sqr}$ **Tableau IV-8**).

Les transistors réalisés sur ces structures HEMTs ($L_g \sim 3\mu\text{m}$, $D_{sd} \sim 13\mu\text{m}$) présentent des caractéristiques de sortie comparables à celles observées pour les échantillons réalisés au CRHEA, excepté pour le courant de fuite de grille qui est plus important ($I_{gs}^{fuite} \sim 1-3 \times 10^{-4} \text{ A/mm}$) (**Tableau IV-9**). Un courant de drain de saturation I_{dss} de 390 mA/mm est obtenu pour une tension de grille $V_{gs} = 0V$ et une tension de drain $V_{ds} \sim 6V$. Une transconductance maximale G_m^{max} de 100 mS/mm est mesurée pour une tension de grille $V_{gs} \sim -1,6V$. La tension de pincement est évaluée à $V_p = -5,1V$ et -4,5V respectivement pour B121207 et B100108, avec un courant de fuite I_{ds}^{fuite} d'environ 0,09-0,2 mA/mm à $V_{ds} = 10V$.

b. HEMT (Al,Ga)N/GaN dopé Carbone sur Si(111)

Pour les structures HEMTs B150108 et B170108, seule une partie de la couche tampon GaN a été dopée Carbone. Celle-ci se compose d'une couche GaN de 1,4 μ m dopée Carbone ([C] $\sim 1\text{-}2 \times 10^{19}$ cm $^{-3}$) suivie d'une couche GaN n.i.d. (canal) de 300nm.

Dans ces échantillons dopés Carbone, la densité de donneurs résiduelle $N_{d\min}^{CV}$ déduite de la mesure C(V)-bille-de-mercure est 2 fois plus faibles ($\sim 5 \times 10^{13}$ cm $^{-3}$) que celle observée dans les structures HEMT non dopées B121207 et B100108 ($\sim 1 \times 10^{14}$ cm $^{-3}$) (**Tableau IV-7**). Cependant, contrairement à ce qu'on pouvait attendre, le caractère isolant des couches tampon diminue avec le dopage Carbone, en particulier pour l'échantillon B170108 ($R_{\text{tampon}} = 0,37$ G Ω). Cette observation se trouve contredite par les mesures réalisées sur les motifs transistors ($L_g \sim 2\text{-}3\mu\text{m}$, $D_{sd} \sim 13\mu\text{m}$). En effet, les courants de fuite de drain ($I_{ds}^{\text{fuite}} \sim 0,2\text{-}0,3$ mA/mm) sont du même ordre de grandeur que ceux des échantillons non dopés B121207 et B100108 (**Tableau IV-9**). Rappelons que la faible pureté du méthane (CH $_4$ de type 4N) semble être responsable de la présence de trous en surface du GaN. La mesure de la résistance R_{tampon} pourrait être influencée par l'état de la surface du fond de la mesa ; la présence d'impuretés issues du méthane pourrait alors augmenter le courant de surface.

Les structures HEMTs dopées Carbone B150108 et B170108 présentent de très bonnes propriétés de transport du 2DEG avec une résistance de feuille R_{sh} atteignant les 310 Ohm.sqr (**Tableau IV-8**). Les transistors réalisés sur ces structures HEMTs dopées Carbone ($L_g \sim 2\text{-}3\mu\text{m}$, $D_{sd} \sim 13\mu\text{m}$) présentent des caractéristiques de sortie supérieures à celles observées pour les échantillons non dopés (**Tableau IV-9**). Un courant de drain de saturation I_{dss} de 487 et 465 mA/mm est obtenu respectivement pour B150108 et B170108, pour une tension de grille $V_{gs} = 0$ V et une tension de drain $V_{ds} \sim 6,5$ V. Une transconductance maximale G_m^{max} de 121 et 132 mS/mm est mesurée pour une tension de grille $V_{gs} \sim -1,6$ V. La tension de pincement est évaluée à $V_p = -5,1$ V, et le courant de fuite de drain I_{ds}^{fuite} est d'environ 0,2-0,3 mA/mm.

L'augmentation de I_{dss} et G_m^{max} semble à première vue liée à l'amélioration des propriétés de transport avec une augmentation de la mobilité du 2DEG (**Tableau IV-8**). Cependant, au vu de l'augmentation de la LMH du pic de bord de bande (PL à 10K, **Tableau IV-6**), la qualité du matériau semble plutôt se dégrader avec le dopage Carbone (**paragraphe IV21**). De plus, la mesure C(V)-bille-de-mercure (**Tableau IV-8**) indique une densité de charges N_s du 2DEG plus importante, comparée au échantillons non dopés (B121207 et B100108). Cette augmentation du N_s , confirmée par l'augmentation de la tension de pincement V_p (**Tableau IV-9**), pourrait expliquer l'augmentation du courant de saturation I_{dss} pour les échantillons B150108 et B170108.

c. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN/Si(111)

Les échantillons B210108 et B220108 consistent en une reprise de croissance dopée Carbone ($\sim 1-2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) réalisée au NRC-IMS sur un tremplin GaN/Si(111) réalisé au CRHEA. L'élément Carbone est utilisé ici comme accepteur pour palier à la pollution d'interface qui, comme nous l'avons vu précédemment au **paragraphe IV1**, survient durant l'exposition à l'air ou l'étape de reprise d'épitaxie.

Malgré la présence du Carbone, il semblerait que l'interface de reprise d'épitaxie soit visible par C(V)-bille-de-mercure (B210108 et B220108 **Figure IV-13**). En effet, la remontée de la densité de porteurs se fait avant l'interface GaN/AlN et proche de l'interface de recroissance, contrairement au profil de porteurs des échantillons sans reprise de croissance, comme par exemple B170108 (courbe noire sur la **Figure IV-13**), pour lesquels la remontée se fait en deçà de l'interface GaN/AlN.

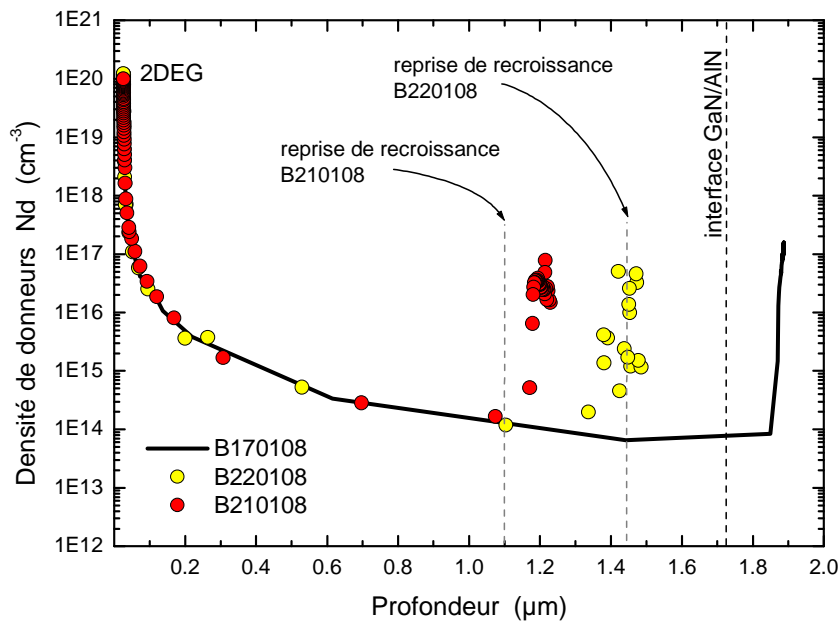


Figure IV-13 : profil des porteurs déduit de la mesure Capacité-Tension C(V)-bille-de-mercure (10 kHz) dans les structures HEMTs B170108, B210108 et B220108

Le profil SIMS de ces deux échantillons B210108 et B220108 (**Figure IV-14**) nous permet de constater la présence de silicium à l'interface de recroissance. Nous avons vu au **paragraphe IV11** que le silicium contaminait la surface des tremples GaN et pouvait ainsi former des liaisons Si-N stables lors du chauffage des échantillons avant reprise d'épitaxie. Le silicium, donneur dans GaN, pourrait donc expliquer le niveau plus élevé de dopage résiduel $N_{d \min}^{CV}$ observé dans les échantillons avec reprise de croissance ($\sim 1-2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$), comparé aux échantillons dopés Carbone B150108 et

B170108 ($N_{d\min}^{CV} \sim 5\text{-}6 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$). Ce dopage résiduel est somme toute comparable à celui observé dans les structures HEMTs non dopées Carbone (**Tableau IV-7**).

Notons sur les profils SIMS de la **Figure IV-14** la présence d'un niveau élevé d'oxygène qui accompagne le dopage Carbone et dont la faible pureté du méthane (99,99%) en est sans doute la cause. L'augmentation apparente du signal d'Al vient probablement d'une combinaison des signaux des espèces C, N et H. Les différents plateaux visibles dans la zone dopée Carbone correspondent à des ajustements du flux de méthane. Le canal GaN non dopé est très bien visible et aucun effet mémoire du dopage Carbone n'est observé.

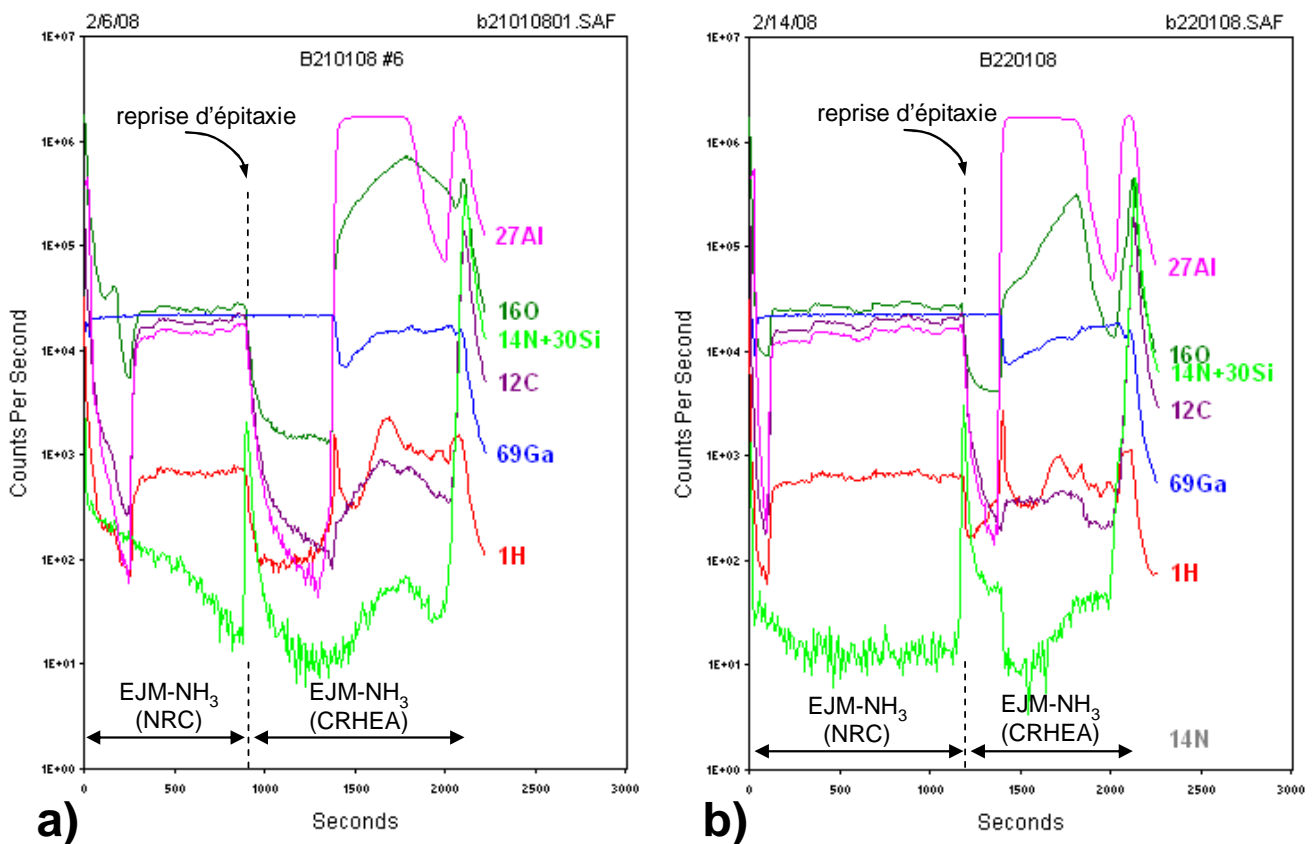


Figure IV-14 : profil SIMS montrant les contaminants et le Carbone dans les structures HEMTs B210108 (a) et B220108 (b)

L'échantillon B220108 présente des couches tampon plus résistives ($R_{tampon} \sim 0,3 \text{ G}\Omega$) que B210108 ($R_{tampon} \sim 3 \text{ M}\Omega$) (**Tableau IV-7**). Une reprise de croissance proche de la couche d'AlN intercalaire semble donc plus efficace. Cette observation avait déjà été faite lors de l'optimisation de la zone dopée Fer réalisée par EPVOM sur tremplin GaN/Si(111) (**paragraphe IV12c**). Rappelons que les 200 premiers nanomètres de la couche tampon GaN présentent une densité importante de dislocations traversantes (voir **Chapitre III paragraphe III11b**) dont la majorité (dislocations

traversantes de type *a*) peuvent être apparentées à des centres accepteurs et peuvent donc piéger les électrons.

Comme on peut le voir au **Tableau IV-8**, les structures HEMTs dopées Carbone avec reprise de croissance présentent d'excellentes propriétés de transport du 2DEG avec une résistance de feuille R_{sh} de 305 et 296 Ohm.sqr respectivement pour B210108 et B220108. Les transistors réalisés sur ces structures HEMTs dopées Carbone avec reprise de croissance ($L_g \sim 2\text{-}3\mu\text{m}$, $D_{sd} \sim 11\text{-}12\mu\text{m}$) présentent de très bonnes caractéristiques de sortie (**Tableau IV-9**). Un courant de drain de saturation I_{dss} de 519 et 570 mA/mm est obtenu respectivement pour B210108 et B220108, pour une tension de grille $V_{gs} = 0\text{V}$ et une tension de drain $V_{ds} \sim 6,5$ et $7,5\text{V}$. Une transconductance maximale G_m^{max} de 127 mS/mm est mesurée pour une tension de grille $V_{gs} \sim -1,6$ et $-2,8\text{V}$. La tension de pincement est évaluée à $V_p = -5,2$ et $-5,8\text{V}$, et le courant de fuite I_{ds}^{fuite} est de 0,35 et 5 mA/mm ($V_{ds} = 10\text{V}$) respectivement pour B210801 et B220108. Notons que B220108 présente un courant de fuite de grille important ($I_{gs}^{\text{fuite}} \sim 14$ mA/mm) comparé à B210108 ($I_{gs}^{\text{fuite}} \sim 0,3$ mA/mm).

Comme évoqué plus haut, la qualité du matériau ne va pas en s'améliorant avec le dopage Carbone (**paragraphe IV21**), et l'augmentation de I_{dss} et G_m^{max} semblerait donc être liée à une augmentation du N_s , confirmée par l'augmentation de la tension de pincement V_p (**Tableau IV-7**), plutôt qu'à une amélioration des propriétés de transport (R_{sh} **Tableau IV-6**).

IV3. Couches épaisses d'AlN

IV31. Reprise d'épitaxie sur tremplin GaN

Dans le cas d'une reprise d'épitaxie de GaN sur un tremplin GaN, l'utilisation d'une couche tampon AlN avant l'épitaxie de GaN peut s'avérer relativement efficace pour limiter les effets de la contamination d'interface. En effet, avec sa discontinuité de bande de conduction proche de 2eV , l'AlN joue le rôle de barrière pour les charges présentes à l'interface de recroissance, et le grand nombre de dislocations nucléées dans cette couche limite très fortement les propriétés de conduction d'un gaz d'électrons normalement généré à l'interface AlN/GaN. Cependant, le prix à payer est une augmentation notable du nombre de dislocations traversantes qui, pour un tremplin Lumilog GaN/saphir épais de $4\mu\text{m}$, passe alors typiquement de $4 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ à $4 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ [1, 33].

IV32. Reprise d'épitaxie sur tremplin AlN

Le tremplin AlN/Saphir utilisé pour l'étude a été réalisé par la société DOWA Electronics Materials.co. Il consiste en une couche AlN (*wurtzite*) de $1\mu\text{m}$ d'épaisseur épitaxiée par EPVOM sur substrat Saphir (plan C). La densité de dislocations traversantes donnée par le fournisseur est de l'ordre de $1 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$.

La **Figure IV-15** ci-dessous schématise une reprise de croissance sur tremplin AlN/Saphir (échantillon PTC345). Elle consiste en une couche d'AlN de 42 nm d'épaisseur ($V_{\text{croissance}}^{\text{AlN}} \sim 0,1\mu\text{m/h}$ et $T_{\text{croissance}}^{\text{AlN}} \sim 920^\circ\text{C}$) directement épitaxiée sur le tremplin AlN, suivi d'une couche tampon GaN de $2 \mu\text{m}$ ($V_{\text{croissance}}^{\text{GaN}} \sim 0,6\mu\text{m/h}$ et $T_{\text{croissance}}^{\text{GaN}} \sim 800^\circ\text{C}$) et d'une barrière HEMT « standard » GaN 3 nm / $\text{Al}_{0,28}\text{Ga}_{0,70}\text{N}$ 21 nm / AlN 1 nm .

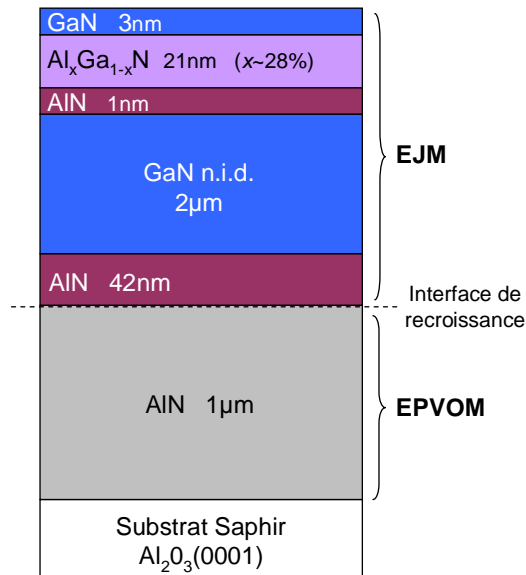


Figure IV-15 : schéma de la structure HEMT (Al,Ga)N PTC345 épitaxiée par EJM-NH₃ sur tremplin AlN/Saphir. La ligne discontinue représente l'interface de recroissance

Le **Tableau IV-10** ci-dessous compare les caractéristiques structurales et électriques d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN épitaxiée par EJM-NH₃ sur tremplin AlN/Saphir (échantillon PTC345) et d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN sur Si(111) (échantillon PTC240) prise ici comme référence. L'échantillon PTC345 présente des propriétés structurales comparables à celles observées pour l'échantillon PTC240, avec notamment une densité de dislocations d'environ $4 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ (mesurée par MFA) et une couche GaN superficielle légèrement en compression à température ambiante ($\varepsilon_{xx} = -0,08\%$). Aucune interface conductrice n'est détecté par la mesure C(V)-bille-de-mercure et de bonnes propriétés d'isolation sont observées avec une résistance de la couche tampon R_{tampon} de $20 \text{ M}\Omega$, un niveau de dopage résiduel $N_{d \text{ min}}^{\text{CV}}$ inférieur à $1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ et un courant de fuite

I_{ds}^{fuite} d'environ 5 $\mu\text{A}/\text{mm}$ à $V_{gs} = -6,2\text{V}$ et $V_{ds} = 10\text{V}$ mesuré sur un transistor HEMT ($L_g = 3\mu\text{m}$, $W_g = 150\mu\text{m}$, $D_{sd} = 10\mu\text{m}$). Un courant de drain de saturation I_{dss} de 0,357 A/mm est atteint pour une tension de grille $V_{gs} = 0\text{V}$ et une tension de drain $V_{ds} = 5,5\text{V}$. Une transconductance maximale G_m^{\max} de 85 mS/mm est mesurée pour $V_{gs} = -2\text{V}$ et $V_{ds} = 4\text{V}$. La résistance de contact élevée ($R_c > 1 \text{ Ohm}\cdot\text{mm}$) explique la faiblesse des valeurs atteintes pour I_{dss} et G_m^{\max} .

		PTC240	PTC345
$\frac{MFA}{D_{TD}} (\text{cm}^{-2})$		5×10^9	4×10^9
$LMH(0002)_{GaN}^{DRX}$ (arcsec)		1080	1200
LMH_{PL}^{10K} (meV)		12	13
ϵ_{xx} à 300K (déduit de la PL à 10K) (%)		0,08	-0,04
N_S^{CV} (cm^{-2})		$8,20 \times 10^{12}$	1×10^{13}
N_S^{Hall} (cm^{-2})		$9,47 \times 10^{12}$	9×10^{12}
N_{dmin}^{CV} (cm^{-2})		$2,9 \times 10^{14}$	2×10^{12}
R_c (Ohm.mm)		0,51	1,77
$R_{s,k}$ (Ohm.sqr)		357	333
R_{tampou} ($V = 10V$) (Ohm)		$1,68 \times 10^7$	$1,92 \times 10^7$
Transistor $W_g = 150 \mu\text{m}$	L_g (μm)	2	3
	D_{sd} (μm)	9	10
V_p (V)		-4,7	-5,2
I_{gs}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$)		$4,16 \times 10^{-5}$	$3,14 \times 10^{-6}$
I_{ds}^{fuite} (A/mm) ($V_{gs} = V_p - 1V$ et $V_{ds} = 10V$)		$8,75 \times 10^{-5}$	$5,39 \times 10^{-6}$
I_{dss} (A/mm) ($V_{gs} = 0V$)		0,505	0,357
G_m^{\max} (mS/mm)		134	85

Tableau IV-10: caractéristiques structurales et électriques d'une structure HEMT de référence (PTC240) et d'une structure HEMT reprise sur tremplin AlN/Saphir

Nous retrouvons donc les mêmes caractéristiques structurales que sur substrat silicium, mais avec l'inconvénient de la mauvaise dissipation thermique du saphir. En effet, à $V_{gs} = 0\text{V}$ et $V_{ds} = 10\text{V}$, la chute du courant de drain est de l'ordre de 5% pour la structure HEMT sur Si(111) PTC240 et de 10% pour la structure HEMT sur tremplin AlN/Saphir PTC345.

IV4. Conclusion

Nous avons étudié la reprise de croissance sur tremplin SI-GaN:Fe/Saphir. Malgré des niveaux de dopage Fer élevés dans le volume du tremplin SI-GaN:Fe/Saphir ($[Fe] \sim 10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$), le niveau de dopage présent au niveau de l'interface de recroissance n'est pas suffisant pour compenser un dopage non intentionnel de type n . L'optimisation du profil du dopage Fer proche de la surface du tremplin SI-GaN:Fe/Saphir, et l'adaptation des conditions de recroissance par EJM-NH₃, nous ont permis d'obtenir des couches tampon GaN de bonne qualité et hautement résistives sur ces nouveaux trempins « épi-ready », sans préparation chimique ni utilisation d'accepteurs durant la reprise d'épitaxie.

Ce concept de dopage Fer proche de la surface pour compenser la contamination à l'interface de recroissance fonctionne également sur des couches tampon GaN déposées sur Si(111). Malgré le peu de maturité de cette approche et le fait qu'elle consiste en une reprise d'épitaxie, les bons résultats obtenus montrent tout l'intérêt de recourir à un dopage de type p avec un niveau profond pour compenser les donneurs résiduels.

Nous avons étudié la possibilité d'utiliser le Carbone comme élément dopant pour l'obtention de couches GaN semi-isolantes ou pour compenser le dopage d'interface non intentionnel de type n durant la reprise de croissance par EJM-NH₃ sur tremplin GaN/Si(111).

Les structures réalisées au NRC-IMS sont de moins bonne qualité structurale que celles réalisées au CRHEA, et le matériau semble même se dégrader en présence du dopage carbone. Les conditions de croissance EJM-NH₃ et la pureté du méthane utilisé pour le dopage Carbone ne sont pas optimales. Malgré cela, les structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN sur Si(111) réalisée au NRC-IMS présentent des propriétés d'isolation des couches tampon comparables à celles rencontrées au CRHEA. Les effets positifs du dopage Carbone, notamment au niveau de l'isolation des couches tampon, ne sont pas remarquables, sans doute à cause de la dégradation du matériau. Nous avons montré la possibilité d'utiliser le Carbone comme élément accepteur pour compenser efficacement la pollution d'interface durant une reprise de croissance de GaN par EJM-NH₃ sur un tremplin GaN/Si(111). En effet, le dopage résiduel des échantillons avec reprise de croissance est identique à celui des structures non dopées et aucune conduction parasite n'est détectée. L'application du procédé de croissance du CRHEA avec l'utilisation d'une source carbone de haute pureté sera cependant nécessaire pour cerner les apports de cette approche.

L'utilisation d'une couche épaisse d'AlN permet d'inhiber la conduction parasite à l'interface de recroissance. Ce peut être une solution simple et relativement efficace pour limiter les effets de la contamination d'interface sans utiliser d'éléments accepteurs. Cependant, dans le cas d'une reprise sur tremplin GaN/Saphir, cette technique ne réplique pas la qualité du GaN sous-jacent et donc ne permet

pas de tirer avantage de la faible densité de dislocations traversantes. L'utilisation d'un tremplin AlN/Saphir pour la réalisation de transistors HEMTs (Al,Ga)N/GaN ne présente pas d'intérêt majeur comparé au substrat silicium à cause de la faible conduction thermique du saphir et de la densité de dislocations traversantes élevée dans la couche tampon AlN.

Toutes ces techniques de reprises de croissance restent cependant à valider par des mesures RF et des mesures de pertes (dB).

Références du Chapitre IV

- [1] Y. Cordier, M. Hugues, F. Semond, F. Natali, P. Lorenzini, Z. Bougrioua, J. Massies, E. Frayssinet, B. Beaumont, P. Gibart and J. P. Faurie, *Journal of Crystal Growth* **278**, 383-386 (2005).
- [2] E. J. Miller, E. T. Yu, P. Waltereit and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **84**, 535-537 (2004).
- [3] B. S. Simpkins, E. T. Yu, P. Waltereit and J. S. Speck, *Journal of Applied Physics* **94**, 1448-1453 (2003).
- [4] J. W. P. Hsu, M. J. Manfra, R. J. Molnar, B. Heying and J. S. Speck, *Applied Physics Letters* **81**, 79-81 (2002).
- [5] J. W. P. Hsu, M. J. Manfra, S. N. G. Chu, C. H. Chen, L. N. Pfeiffer and R. J. Molnar, *Applied Physics Letters* **78**, 3980-3982 (2001).
- [6] L. Bouguen, L. Konczewicz, S. Contreras, B. Jouault, J. Camassel and Y. Cordier, *Materials Science and Engineering: B In Press*, Corrected Proof.
- [7] L. Bouguen, S. Contreras, B. Jouault, L. Konczewicz, J. Camassel, Y. Cordier, M. Azize, S. Chenot and N. Baron, *Applied Physics Letters* **92**, 043504 (2008).
- [8] R. Cuervo, F. Calle, A. F. Braña, Y. Cordier, M. Azize, N. Baron, S. Chenot and E. Muñoz, *Physica Status Solidi (c)* **5**, 1971-1973 (2008).
- [9] C. Consejo, S. Contreras, L. Konczewicz, P. Lorenzini, Y. Cordier, C. Skierbiszewski and J. L. Robert, *Physica Status Solidi (c)* **2**, 1438-1443 (2005).
- [10] A. Corrion, F. Wu, T. Mates, C. S. Gallinat, C. Poblentz and J. S. Speck, *Journal of Crystal Growth* **289**, 587-595 (2006).
- [11] Z. Bougrioua, M. Azize, A. Jimenez, A. F. Braña, P. Lorenzini, B. Beaumont, E. Muñoz and P. Gibart, *Physica Status Solidi (c)* **2**, 2424-2428 (2005).
- [12] S. Heikman, S. Keller, T. Mates, S. P. DenBaars and U. K. Mishra, *Journal of Crystal Growth* **248**, 513-517 (2003).
- [13] W. Lee, J. H. Ryou, D. Yoo, J. Limb, R. D. Dupuis, D. Hanser, E. Preble, N. M. Williams and K. Evans, *Applied Physics Letters* **90**, 093509 (2007).
- [14] N. I. Kuznetsov, A. E. Nikolaev, A. S. Zubrilov, V. M. Yu and V. A. Dmitriev, *Applied Physics Letters* **75**, 3138-3140 (1999).
- [15] D. S. Katzer, D. F. Storm, S. C. Binari, J. A. Roussos, B. V. Shanabrook and E. R. Glaser, *Journal of Crystal Growth* **251**, 481-486 (2003).
- [16] C. Poblentz, P. Waltereit, S. Rajan, S. Heikman, U. K. Mishra and J. S. Speck, *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **22**, 1145-1149 (2004).
- [17] S. Haffouz, H. Tang, S. Rolfe and J. A. Bardwell, *Applied Physics Letters* **88**, 252114-3 (2006).
- [18] S. Yoshida, J. Li and N. Ikeda, *Physica Status Solidi (c)* **2**, 2593-2597 (2005).
- [19] A. H. E. Malguth, W. Gehlhoff, O. Gelhausen, M. R. Phillips, X. Xu, *Physical Review B* **74**, 165202 (2006).

- [20] M. Azize, Z. Bougrioua and P. Gibart, *Journal of Crystal Growth* **299**, 103-108 (2007).
- [21] R. Armitage, Q. Yang, H. Feick and E. R. Weber, *Journal of Crystal Growth* **263**, 132-142 (2004).
- [22] Z.-Q. Fang, D. C. Look, B. Claflin, S. Haffouz, H. Tang and J. Webb, *Physica Status Solidi (c)* **2**, 2757-2760 (2005).
- [23] D. S. Green, U. K. Mishra and J. S. Speck, *Journal of Applied Physics* **95**, 8456-8462 (2004).
- [24] C. H. Seager, D. R. Tallant, J. Yu and W. Götz, *Journal of Luminescence* **106**, 115-124 (2004).
- [25] C. H. Seager, A. F. Wright, J. Yu and W. Gotz, *Journal of Applied Physics* **92**, 6553-6560 (2002).
- [26] M. Azize, Hétéro-épitaxie de Nitrures de Gallium Semi-isolant peu disloqué sur substrat de saphir pour applications HEMTs AlGaIn/GaN, Université de Nice Sophia Antipolis, **Thèse de Doctorat** (2006).
- [27] Z. Bougrioua, M. Azize, P. Lorenzini, M. Laügt and H. Haas, *Physica Status Solidi (a)* **202**, 536-544 (2005).
- [28] M. J. Manfra, N. G. Weimann, J. W. P. Hsu, L. N. Pfeiffer, K. W. West, S. Syed, H. L. Stormer, W. Pan, D. V. Lang, S. N. G. Chu, G. Kowach, A. M. Sergent, J. Caissie, K. M. Molvar, L. J. Mahoney and R. J. Molnar, *Journal of Applied Physics* **92**, 338-345 (2002).
- [29] M. Azize, M. Leroux, M. Laugt, P. Gibart and Z. Bougrioua, *Phys. Stat. Sol. (a)* **203**, 1744-1748 (2006).
- [30] R. Heitz, P. Maxim, L. Eckey, P. Thurian, A. Hoffmann, I. Broser, K. Pressel and B. K. Meyer, *Physical Review B* **55**, 4382 (1997).
- [31] J. B. Webb, H. Tang, S. Rolfe and J. A. Bardwell, *Applied Physics Letters* **75**, 953-955 (1999).
- [32] H. Tang, J. B. Webb, J. A. Bardwell, S. Raymond, S. Joseph and C. Uzan-Saguy, *Applied Physics Letters* **78**, 757-759 (2001).
- [33] Y. Cordier, P. Lorenzini, M. Hugues, F. Semond, F. Natali, Z. Bougrioua, J. Massies, E. Frayssinet, B. Beaumont, P. Gibart and J. P. Faurie, *Journal de Physique IV* **132**, 365-368 (2006).

Conclusion générale et perspectives

Ce travail de thèse a porté sur la croissance d'hétérostructures à base de GaN sur substrat Si(111) en vue de la réalisation de transistors de type HEMT (Al,Ga)N/GaN. L'étude de la croissance par Epitaxie par Jets Moléculaires, ainsi que la caractérisation structurale, optique et électrique des structures ont été réalisées. Ce travail de thèse avait pour objectif l'identification des paramètres de croissance susceptibles d'avoir un impact notable sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT, et notamment sur l'isolation électrique des couches tampon et le transport des électrons dans le canal. Le problème majeur rencontré a été celui de la relaxation des contraintes et leurs relations avec les structures, leurs conditions d'élaboration et la densité de défauts. Il résulte de ce travail une amélioration de la compréhension des mécanismes de croissance mis en jeu au cours de l'élaboration des structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN sur substrat Si(111). La réalisation par EJM de structures à base de GaN sur substrat Si(111) et sur des tremplins GaN sur saphir nous a permis d'étudier différents éléments constituant une structure HEMT. En particulier, l'influence de la qualité structurale sur les propriétés de transport dans les hétérostructures (Al,Ga)N/GaN a été montrée, de même que l'intérêt de compenser le dopage résiduel de type n dans les couches tampon afin de minimiser les courants de fuite dans les composants et d'augmenter les tensions de polarisation et les températures d'utilisation.

Certains paramètres de croissance ont été identifiés comme paramètres critiques avec un impact notable sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT, et notamment sur l'isolation électrique des couches tampons et le transport des électrons dans le canal.

- La température de croissance du GaN joue un rôle important dans la vitesse de relaxation de la contrainte compressive de la couche tampon, et par voie de conséquence dans la densité de dislocations traversantes émergeant à la surface de la structure HEMT et dans le risque de fissuration des couches épitaxiées au cours du refroidissement post croissance.

- L'étape de désoxydation du substrat et la nucléation de l'AlN sur Si(111) jouent quant à elles un rôle primordial dans la qualité des couches épitaxiées, en particulier dans la densité de dislocations traversantes et la rugosité de surface.

- Le dessin des couches enterrées (AlN nucléation, GaN et AlN intercalaires) semble être un levier intéressant pour la gestion des contraintes et notamment pour l'obtention de couches tampon épaisses de GaN non fissurées.

L'efficacité du Fer comme élément accepteur dans GaN a été démontré, notamment pour compenser le dopage de type n présent à l'interface d'une reprise d'épitaxie. Nous avons développé une solution efficace pour la réalisation de reprises de croissance sur tremplin GaN sans interface conductrice. En effet, l'optimisation du profil du dopage Fer proche de la surface du tremplin GaN sur saphir ou sur silicium, et l'adaptation des conditions de recroissance par EJM-NH₃, nous ont permis d'obtenir des couches tampon GaN de bonne qualité et hautement résistives, sans préparation chimique ni utilisation d'accepteurs durant la reprise d'épitaxie. Nous avons également montré l'intérêt du Carbone comme élément dopant utilisé dans le réacteur EJM au cours de la croissance de structures HEMTs sur Si(111) ou lors de reprises d'épitaxie sur trempins GaN.

En parallèle du travail présenté dans ce manuscrit, nous avons réalisé une étude des propriétés optiques de structures HEMTs (photoluminescence), et notamment du cap GaN. A cet effet, une stagiaire de Master2 a été encadrée pendant 5 mois. Notons qu'à partir de septembre 2007, ce travail de thèse s'est inscrit en partie dans le projet G2REC (Grand Gap Rectifier). Ce programme de recherche piloté par STMicroelectronics vise à la mise au point d'une nouvelle génération de composants redresseurs plus performants et beaucoup plus économes sur le plan énergétique, à base de nitrures d'élément III épitaxiés sur substrat silicium. Le programme implique plusieurs PMI et laboratoires de recherche parmi lesquels Ommic, Picogiga, Siltronix, Novasic, le LMP et le CRHEA. Les résultats obtenus durant ma thèse ont nourri les réflexions sur ce projet, notamment au niveau de l'ingénierie des contraintes dans les couches tampons. Ce travail de thèse a permis également de valoriser les activités de l'équipe Novasic présente au sein du laboratoire, et ce en transférant sur substrats 3C-SiC/Si(111) le procédé de croissance des structures HEMTs développées sur substrat Si(111).

Ce travail de thèse a permis de renforcer les connaissances et l'expertise du CRHEA et de PICOGIGA en matière d'épitaxie de structures HEMTs (Al,Ga)N/GaN sur substrat silicium, en faisant progresser l'élaboration du matériau (Al,Ga)N ainsi que la compréhension des mécanismes et des paramètres de croissance critiques. Les résultats obtenus s'inscrivent dans la continuité du travail initié au CRHEA, et ont permis à PICOGIGA d'améliorer la reproductibilité de son procédé d'élaboration, d'en comprendre les dérives et de savoir réagir en conséquence en ayant une meilleure maîtrise des points critiques. L'effort produit pour harmoniser les procédés technologiques de microélectroniques, notamment avec le développement d'un nouveau jeu de masques communs, assure dès à présent à PICOGIGA comme au CRHEA un soutien technologique mutuel et efficace puisque identique. Les nombreux échanges et transferts de savoir-faire entre le laboratoire et l'entreprise ont consolidé leur collaboration. Même si leurs aspirations et leurs visions du domaine sont différentes, je pense qu'il est dans leur intérêt de poursuivre cette coopération et cet apport mutuel.

A partir des résultats présentés dans cette thèse, nous pouvons identifier plusieurs axes de développement intéressant.

La mesure de courbure *in situ* initiée au cours de la thèse et qui permet de suivre en temps réel la relaxation des contraintes, a montré tout l'intérêt d'un tel dispositif pour parvenir à une meilleure maîtrise de la qualité structurale des structures épitaxiées. Un tel moyen de contrôle se doit aujourd'hui d'être utilisé de façon systématique.

Le dessin des couches enterrées (composition et épaisseur) reste un champ d'investigation à développer pour la croissance de GaN sur silicium, en particulier pour l'épaississement de la couche tampon GaN. La mesure de courbure *in situ* est ici un outil très précieux. Nous pouvons citer en exemple l'épaississement de la couche de nucléation d'AlN (>100nm) et celle de la couche de GaN intercalaire ($250\text{nm} < \text{GaN} < 1\mu\text{m}$), ou encore l'utilisation d'alliages (Al,Ga)N, (Al,In)N ou (In,Ga)N.

L'épaississement des couches tampon améliore la qualité structurale et donc les performances du transistor HEMT sur silicium, mais diminue également la dissipation thermique de la structure et augmente le risque de fissuration au cours du refroidissement. Ajouté aux phénomènes de courbures des échantillons, ceci peut devenir incompatible avec les exigences de la filière technologique pour la réalisation de dispositifs. Il serait alors intéressant de réaliser des structures HEMTs de faible épaisseur ($< 1\mu\text{m}$) avec de bonnes propriétés d'isolation des couches tampon (dopage Carbone), et de comparer leur efficacité en terme de dissipation thermique et de performances puissance/fréquence par rapport à des structures HEMTs plus épaisses.

Au niveau de la gestion des contraintes et de la dissipation thermique, des avancées significatives sont en cours grâce à l'ingénierie des substrats, comme les SopSIC (Si-on-polySiC), SiCopSiC (SiC-on-polySiC) ou SiCOI (SiC/SiO₂/Si) et GaNOI (GaN/SiO₂/Si) développés par Soitec/Picogiga, ou encore le 3C-SiC/Si (par conversion de Si ou par épitaxie de 3C-SiC) mis au point par Novasic/CRHEA.

Concernant la compensation du dopage résiduel de type *n* dans GaN, la mise en place de source carbone de haute pureté (CBr₄, CH₄) sont en cours au CRHEA pour accéder à un dopage contrôlé dans les couches tampon. Ce dopage Carbone permettra également de résoudre les problèmes de pollution d'interface liés à la reprise de croissance sur trempins ou substrats autosupportés de GaN ou AlN, en alternative du dopage Fer.

Ces trois derniers axes de développement sont à mettre en relief avec le fait que le GaN sur silicium est une filière bas coût à niveau de performance puissance/fréquence moyen, mais qui permet de démocratiser la filière III-N en électronique. D'autres filières plus performantes se développent en parallèle, mais leur coût encore trop élevé empêche pour le moment l'accès à des marchés de taille raisonnable. Enfin, le GaN massif permettra d'accéder à de faibles densités de dislocations traversantes, une simplification du processus de réalisation des structures et une meilleure fiabilité, mais sera-t-il d'un bon compromis au sujet de la dissipation thermique (moins de dislocations, pas d'AlN, ...) ?

Au niveau de la zone active des structures HEMTs, une réflexion est à mener sur l'utilisation de barrières digitales (super-réseau) $n \times (AlN / GaN)$ ou hybrides $(Al, Ga)N / n \times (AlN / GaN)$ avec de fort taux d'aluminium à proximité du canal (densité d'électrons importante) et des taux d'aluminium plus faible près de la surface (réduction des fuites de grille). L'utilisation de l'(Al,In)N comme barrière en accord de maille avec le GaN est également intéressante pour la réalisation de transistors sur silicium car elle n'introduit pas de contrainte supplémentaire. Là aussi l'utilisation d'un super-réseau $n \times (AlN / InN)$ ou $n \times (AlN / InGaN)$ pourrait être intéressant.

Concernant la stabilisation de la surface des composants, il serait intéressant de développer des méthodes de passivation *in situ* systématiques (SiN_x par exemple) sur les structures HEMTs. L'ingénierie de la surface permet en effet de limiter les dispersions DC-RF qui limitent les performances en puissance du HEMT et qui sont souvent attribuées aux pièges de surface.

Enfin, la croissance de GaN par épitaxie localisée sur Si(001) et Si(110) constitue une approche intéressante pour intégrer à l'électronique silicium des capteurs, microsystemes et composants actifs à base de GaN.

Annexe A

Table des matières

Annexe A – Outils de caractérisation	207
A1. Caractérisations Structurales.....	207
A11. RHEED (Diffraction d’Electrons à Haute Energie en incidence Rasante).....	207
a. Principe	207
b. La reconstruction 7x7 de Si(111).....	208
A12. Rayons X (DRX).....	210
a. Principe	210
b. Balayage en $\theta / 2\theta$ (le long de l’axe Qz).....	211
c. Balayage en ω ou rocking curve (perpendiculaire à l’axe Qz).....	212
Détermination du tilt moyen	213
Détermination du twist moyen.....	213
d. Densité de dislocations traversantes coins	215
A13. Microscopie à Force Atomique (MFA) et Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	216
a. Densité de dislocations traversantes.....	216
b. Rugosité (<i>RMS</i>).....	218
A14. Mesure de Courbure	219
a. Mesure <i>in situ</i>	219
b. Mesure <i>ex situ</i>	220
A2. Optique	221
A21. Photoluminescence (PL) et Réflectivité (R).....	221
A3. Electrique	224
A31. Capacité-Tension C(V).....	225
A32. Van der Pauw et Effet Hall.....	226
a. Van der Pauw	227
b. Effet Hall	228
A33. Résistance des couches tampon (R_{tampon}).....	230
A34. Résistance de contact (R_c).....	231
A35. Transistor.....	233

Annexe A – Outils de caractérisation

A1. Caractérisations Structurales

A11. RHEED (Diffraction d'Electrons à Haute Energie en incidence Rasante)

a. Principe

La diffraction d'électrons de haute énergie en incidence rasante (RHEED), illustrée à la **Figure A-1**, est la seule technique simple de caractérisation *in situ* dans un réacteur EJM qui permet de suivre en temps réel les caractéristiques cristallographique des couches épitaxiées.

Un faisceau d'électrons accélérés par une haute tension (10 à 50 kV ; $0,06 < \lambda < 0,15 \text{ \AA}$) vient frapper la surface de l'échantillon avec une incidence rasante (angle $< 2^\circ$). Si la surface de l'échantillon est suffisamment plane, le faisceau ne pénètre la couche que d'une dizaine d'angströms, et seuls les premiers plans atomiques participent à la diffraction. Les électrons diffractés sont recueillis sur un écran phosphorescent. Le réseau réciproque d'une surface (réseau à deux dimensions) est formé de tiges perpendiculaires à cette dernière et qui présentent une épaisseur non nulle (conséquence de la faible rugosité de la surface). Le diagramme du RHEED est l'intersection de ce réseau réciproque avec la sphère d'Ewald de rayon $r = 2\pi/\lambda$. La longueur d'onde des électrons est faible comparée aux paramètres cristallins. Par conséquent le rayon de la sphère d'Ewald est très grand par rapport à l'écart entre les tiges du réseau réciproque. Comme cette sphère possède une épaisseur non nulle (conséquence de la dispersion en énergie des électrons), le diagramme du RHEED est constitué de lignes plutôt que de points. Dans le cas d'une surface tridimensionnelle (rugosité importante), la diffraction est obtenue en transmission à travers les aspérités de la surface. Le diagramme du RHEED est alors constitué de tâches. Dans le cas de matériaux amorphes, comme par exemple les oxydes natifs résultant de l'oxydation à l'air des semi-conducteurs, aucune diffraction n'est observée et le diagramme du RHEED est uniquement formé par un fond continu diffus.

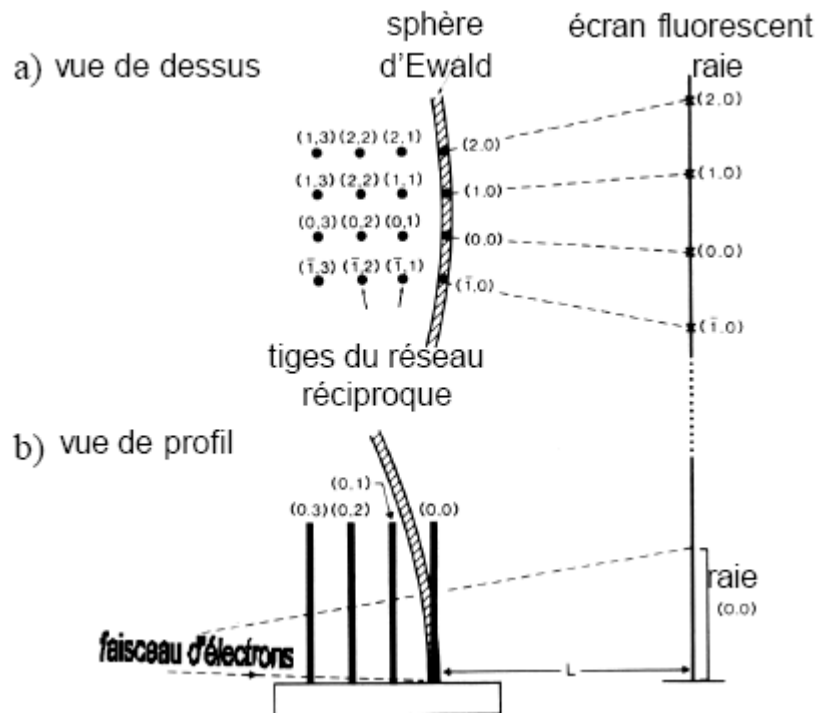


Figure A-1: Représentation schématique montrant l'intersection de la sphère d'Ewald avec le réseau réciproque de la surface et permettant d'expliquer l'origine des raies du diagramme de RHEED ; d'après [1]

Le diagramme du RHEED nous informe donc sur la topographie de la surface (rugosité, facettes, etc), les paramètres de maille dans le plan et les reconstructions de surface, la stœchiométrie de surface, et l'éventuelle incorporation ou ségrégation d'impuretés. L'évolution de l'intensité de la tâche spéculaire (oscillations de RHEED) nous informe sur le taux de recouvrement de la surface, ce qui permet, dans le cas d'une croissance par coalescence d'îlots 2D, de mesurer la vitesse de croissance et l'épaisseur des couches épitaxiées.

b. La reconstruction 7x7 de Si(111)

La **Figure A-2** ci-dessous présente la surface de Si(111) reconstruite 7x7 (*Si(111)-7x7*) observée par RHEED.

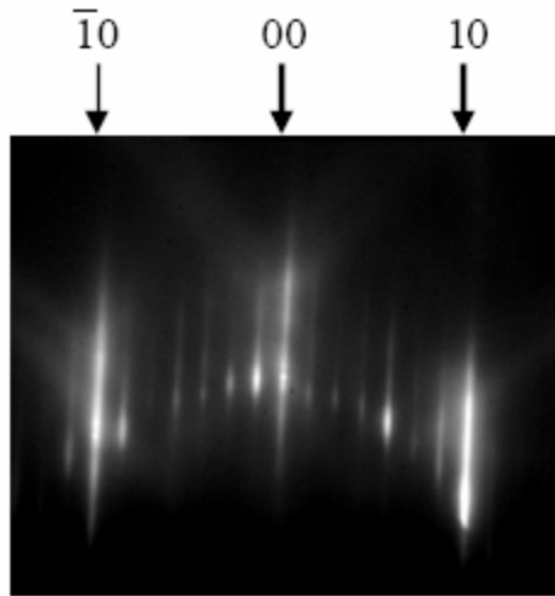
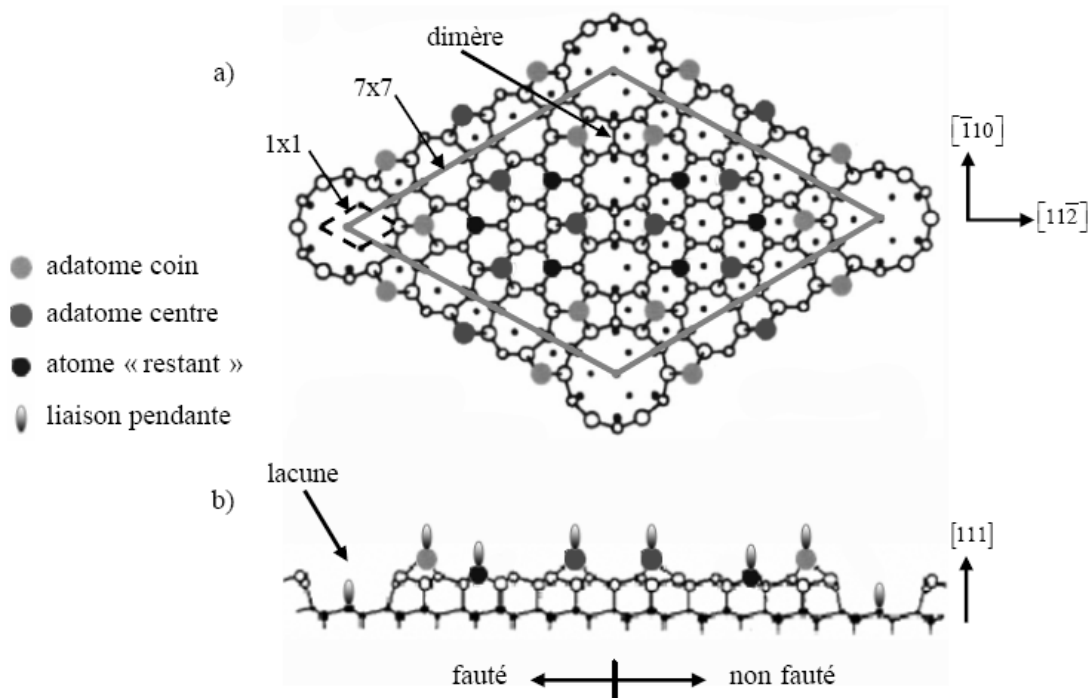


Figure A-2 [2]: diagramme de RHEED selon $\langle -110 \rangle$ de la reconstruction 7×7 du Si(111). L'énergie des électrons est de 15 keV

Pour minimiser l'énergie de surface, les atomes des dernières couches se réarrangent pour former un réseau à deux dimensions dont la maille est différente de celle d'un plan du volume équivalent. Ce réarrangement atomique entraîne une diminution du nombre de liaisons pendantes à la surface par la formation de nouvelles liaisons, et donc une minimisation de l'énergie de surface. Dans le cas de la reconstruction 7×7 de Si(111), les dimensions de la maille élémentaire de surface sont sept fois plus grandes que celle de la maille de surface (111) non reconstruite.

Sur le modèle proposé par Takayanagi et al [3] (**Figure A-3**), nous voyons que les 12 adatoms de la reconstruction 7×7 se trouvent sur une bicouche. Nous pouvons dénombrer les différents atomes qui caractérisent cette bicouche dans une maille 7×7 : 42 atomes en sites 1×1 constituent la partie haute de la bicouche, et 30 atomes en sites 1×1 constituent la partie basse de la bicouche, auxquels il faut rajouter 18 atomes issus des dimères.

Cette bicouche est donc constituée de 90 atomes de Silicium. En prenant en compte les 12 adatoms de la reconstruction 7×7 , on obtient un nombre de 102 atomes par maille 7×7 situés sur la structure 1×1 de volume de Si(111) (la bicouche 1×1 idéale se compose de 98 atomes).



FigureA-3: Modèle DAS (Dimer-Adatom-Stacking fault) de la surface Si(111) reconstruite 7x7 proposé pas Takayanagi et al [3]: a) vue de dessus et b) vue en coupe

A12. Rayons X (DRX)

a. Principe

La diffraction des rayons X (DRX) donne des informations sur la structure cristalline des couches épitaxiées telles que les paramètres de maille, les contraintes dans les couches épitaxiées, les compositions d'alliages, les épaisseurs des couches et leur qualité cristalline [4].

La longueur d'onde des photons X ayant le même ordre de grandeur que les distances interatomiques du cristal, des phénomènes d'interférences liés aux réflexions sur les plans réticulaires d'une même famille $\langle hkl \rangle$ permettent de déduire les distances inter-réticulaires d_{hkl} par la mesure des angles de diffraction θ_{hkl} des rayons X. Pour ce faire, on utilise la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin(\theta_{hkl}) = n\lambda \quad \text{Equation A-1}$$

avec n l'ordre de la diffraction et $\lambda_{CuK\alpha 1}$ la longueur d'onde des rayons X ($\lambda_{CuK\alpha 1} = 1,54056 \text{ \AA}$ dans notre cas).

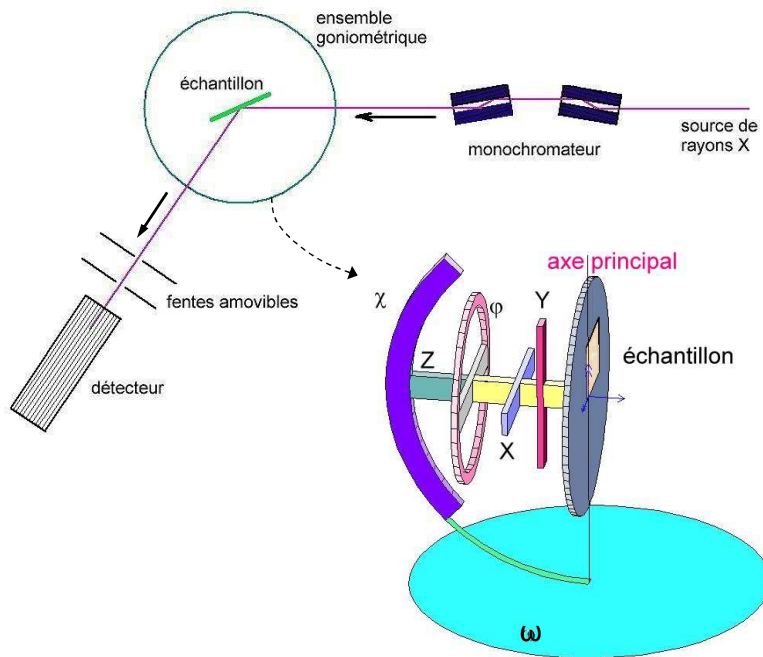


Figure A-4 : Schéma représentant le diffractomètre utilisé pour la diffraction des rayons X

b. Balayage en $\theta/2\theta$ (le long de l'axe Qz)

L'angle d'incidence du faisceau de rayon X forme un angle $\omega = \theta$ avec la surface de l'échantillon (**Figure A-5**). Le détecteur est quant à lui placé à un angle 2θ et enregistre un maximum d'intensité lorsque la loi de Bragg est vérifiée (**Equation A-1**).

Les nitrures d'éléments III étant épitaxiés suivant la direction [0001], les réflexions sur les plans (0001) (raies symétriques) permettent de déterminer le paramètre de maille c du matériau, et donc la déformation cristalline suivant l'axe de croissance et les concentrations des alliages (Al,In,Ga)N. Les valeurs obtenues pour ces dernières peuvent cependant être faussées par l'état de contrainte des films épitaxiés.

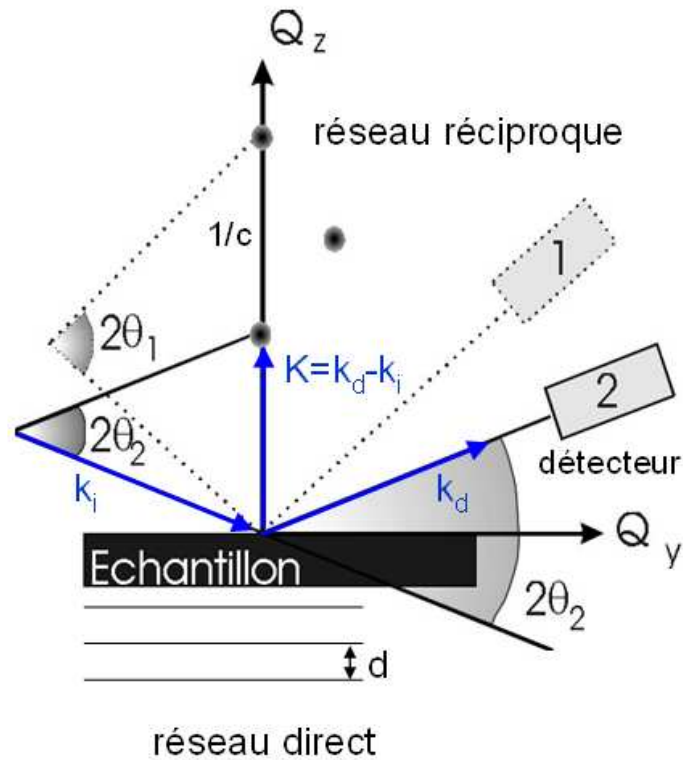


Figure A-5 : principe d'une expérience de diffraction de rayons X en balayage $\theta/2\theta$ selon l'axe Q_z du réseau réciproque

c. Balayage en ω ou rocking curve (perpendiculaire à l'axe Q_z)

Dans cette configuration (**Figure A-6**), le détecteur est maintenu en position fixe 2θ pour vérifier la relation de Bragg (**Equation A-1**). En faisant pivoter l'échantillon sur lui-même, on fait varier l'angle entre l'échantillon et l'ensemble faisceau-détecteur, et on mesure une intensité proportionnelle au nombre de plans (grains) pour chaque angle ω . La variation de l'angle ω décrit par le faisceau incident et la surface de l'échantillon fait successivement passer les plans des grains désorientés du cristal en condition de diffraction. La largeur à mi-hauteur du pic d'une réflexion en balayage en ω est donc reliée à la qualité générale de l'échantillon dans la direction correspondante à la réflexion (hkil) et donne la longueur de cohérence des grains cristallographique suivant cette même direction.

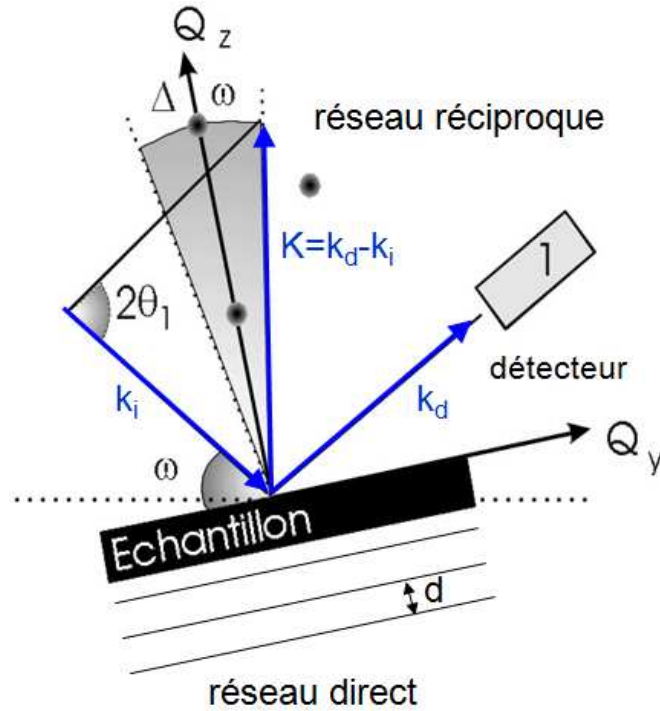


Figure A-6 : principe d'une expérience de diffraction de rayons X en balayage ω (ou *rocking curve*) perpendiculairement à l'axe Q_z du réseau réciproque

Détermination du *tilt* moyen

Les raies symétriques correspondant à la diffraction des plans perpendiculaires à la direction de croissance [0001] donneront une information sur le *tilt* (désorientations relatives des axes de croissance [0001] des grains cristallographiques). La technique habituellement utilisée et nommée « Williamson Hall – plot » [5] consiste à mesurer les largeurs à mi-hauteur des rocking curves des raies symétriques (0002), (0004) et (0006) (LMH_{sym}), puis de tracer leur évolution en fonction de l'angle θ pondéré par la longueur d'onde du faisceau X ($\lambda_{CuK\alpha 1} = 1,54056 \text{ \AA}$ dans notre cas). Si l'on considère la taille des grains suffisamment importante pour éviter tout effet prépondérant d'élargissement des raies, il est possible de tirer une loi linéaire de la forme :

$$LMH_{sym} \cdot \frac{\cos \theta}{\lambda} = \frac{1}{L_{//}} + tilt \cdot \frac{\cos \theta}{\lambda} \quad \text{Equation A-2}$$

avec $L_{//}$ la longueur de cohérence latérale.

Détermination du *twist* moyen

Le meilleur moyen pour déterminer le *twist* entre les grains (désorientations relatives dans le plan de croissance) est d'évaluer la largeur à mi-hauteur des raies des plans perpendiculaires au plan de

croissance (0001). Néanmoins cette mesure, assez fastidieuse à réaliser, demande un diffractomètre spécifique, et plusieurs méthodes ont été reportées pour une détermination alternative [5-7]. Pour les films orientés (0001), la méthode consiste à mesurer la largeur à mi-hauteur (LMH_{asym}) des raies asymétriques ($h, k \neq 0$) (**Figure A-7**), qui englobe l'effet du *tilt* et du *twist*, et de tracer leur évolution comme une fonction du sinus de l'angle d'inclinaison du plan χ par rapport à la normale. Il est alors possible d'extrapoler cette variation pour $\chi = 90^\circ$ afin d'obtenir le *twist* moyen des grains. La variation est alors assez proche d'une loi linéaire de la même forme que celle définie dans le « Williamson Hall – plot » :

$$LMH_{asym} \cdot \frac{\sin \chi}{\lambda} = \frac{1}{L_{\perp}} + twist \cdot \frac{\sin \chi}{\lambda} \quad \text{Equation A-3}$$

avec L_{\perp} la longueur de cohérence verticale.

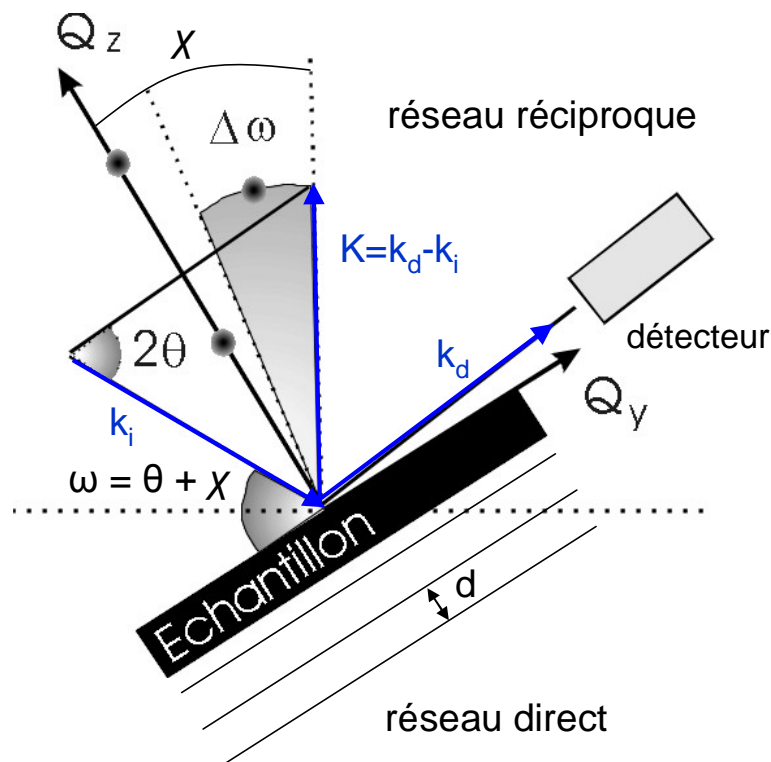


Figure A-7 : principe d'une expérience de diffraction de rayons X en balayage ω (ou *rocking curve*) sur une raie asymétrique

Dans les nitrures, il est coutume d'estimer le *twist* moyen des grains cristallographiques directement par la LMH_{asym} de la rocking curve de la raie asymétrique (30-32) dont l'angle d'inclinaison ($\chi = 70,449^\circ$) est relativement proche de 90° ($\sin(1,23) \sim 0,94$) [8]. Nous avons donc

choisi pour la thèse d'utiliser cette méthode pour estimer le *twist* moyen des grains cristallographiques.

d. Densité de dislocations traversantes coins

Le *twist* moyen des grains est relié à la densité de dislocations traversantes de type *a* (vecteur de Burgers $b = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$) [5]. En effet, le *twist* exprime la désorientation dans le plan des grains cristallographiques les uns par rapport aux autres, et les dislocations coins sont principalement situées aux joints de grains. Par conséquent, en utilisant des paramètres expérimentaux tels que la taille moyenne des grains cristallographiques (d_0), déterminée par exemple par MFA, et le *twist* moyen (α), déterminé par exemple par la $LMH_{asym}^{DRX}(30\bar{3}2)$, S. Joblot a montré dans sa thèse [9] qu'il était possible d'estimer une densité moyenne de dislocations traversantes de type *a* (coins):

La distance moyenne entre dislocations (d) est définie par la formule de Franck [10]

$$d = \frac{b}{2 \cdot \sin(\alpha/2)} \quad \text{Equation A-4}$$

avec b le vecteur de Burgers ($b = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle = 3,1892 \text{ \AA}$) et α le *twist* exprimé en radians.

En considérant les grains hexagonaux, on obtient une estimation de la densité de dislocations traversantes de type *a* :

$$\rho_{TD} = A \cdot \frac{1}{b} \cdot \sin \alpha \cdot \frac{1}{d_0} \quad \text{Equation A-5}$$

La valeur de $A (=1,55)$ a été déduite par S. Joblot [9] en considérant une répartition homogène des grains et une rotation entre chaque grain de $\alpha/2$ avec l'approximation $2 \cdot \sin(\alpha/2) \sim \sin \alpha$ (car α petit)

Un certain nombre de mesures réalisées par S. Joblot [9] sur substrat Si(111) et Si(100) lui ont permis de déduire une loi linéaire empirique reliant la densité de dislocations traversantes de type *a* mesurée par MFA et le *twist* moyen (α) des grains cristallographiques mesuré par DRX ($LMH_{asym}^{DRX}(30\bar{3}2)$):

$$\rho_{TD} = \frac{(\alpha - 0,467)}{3,293 \cdot 10^{-11}} \quad \text{Equation A-6}$$

Nous avons choisi d'utiliser directement l'**Equation A-6** (loi empirique) pour estimer la densité de dislocations traversantes de type a à partir de la mesure du *twist* moyen des grains cristallographiques faite par DRX ($LMH_{asym}^{DRX}(30\bar{3}2)$).

La référence [4] (M.A. Moram et M.E. Vickers) donne un aperçu de ce que peut apporter la diffraction des rayons X à l'étude des matériaux III-N.

A13. Microscopie à Force Atomique (MFA) et Microscopie Electronique en Transmission (MET)

a. Densité de dislocations traversantes

La MET est la méthode de microscopie la plus performante pour l'observation des couches minces semi-conductrices et la caractérisation des défauts cristallins. Dans cette thèse la MET est utilisée entre autres pour observer les défauts et en déterminer la densité (dislocations traversantes). La **Figure A-8c** est une image obtenue par MET de la surface (vue plane) d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN épitaxiée par EJM-NH₃ sur substrat Si(111). Les dislocations traversantes correspondent aux points noirs.

La MFA fait partie des techniques de microscopie à sonde locale. Cette technique, fondée sur la mesure des interactions interatomiques (forces de Van der Waals) entre la surface de l'échantillon et la pointe de l'instrument de mesure, permet de déterminer la morphologie de surface de l'échantillon. La MFA est utilisée entre autres pour déterminer la rugosité de surface (*RMS* voire paragraphe suivant) et la densité de dislocations traversantes (ρ_{TD}). En effet, la présence d'une dislocation traversante crée une tension de ligne à la surface de la couche qui se traduit par une tension superficielle déformant localement la couche [11]. L'émergence d'une dislocation traversante à la surface est donc associée à une petite dépression à la surface du matériau accentuée par le transport de matière durant l'épitaxie. Les **Figures A-8 a et b** sont respectivement une image « dérivée » et « topographique » obtenue par MFA de la surface d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN épitaxiée par EJM-NH₃ sur substrat Si(111). La surface est constituée de marche moléculaires et de petites dépressions dues à l'émergence des dislocations. On distingue deux types de dislocations. Les premières se trouvent à la rencontre de deux marches moléculaires et correspondent à des dislocations à composante vis (type c et $a+c$). Les secondes n'ont pas de lien avec la morphologie de surface et correspondent à des dislocations pures coins (type a). Elles sont généralement très rapprochées les unes des autres et délimitent des grains

cristallographiques. Comme on peut le voir sur les **Figures A-8 a et b**, les dislocations traversantes pures coins (type *a*) induisent une plus faible dépression en surface que les dislocations à composante vis (type *c* et *a+c*).

Etant donnée la relative facilité avec laquelle les images MFA peuvent être obtenues en comparaison des images MET, dans cette thèse les mesures de densités de dislocations traversantes ont été systématiquement faites par MFA, la MET servant alors de référence. La technique de comptage des dislocations par MFA, assez précise pour des couches épitaxiées par EPVOM, peut devenir assez hasardeuse pour des couches épitaxiées par EJM du fait de la présence d'une rugosité cinétique (collines) qui peut gêner leur mise en évidence. La technique couramment utilisée est de recuire les échantillons EJM sous ammoniac à haute température (~1050°C) afin de diminuer la rugosité par diffusion des terrasses en surface. Cependant, pour des raisons pratiques, nous avons préféré éviter cette étape de recuit, qui plus est ne donne pas toujours un résultat satisfaisant. L'utilisation d'une pointe neuve ou quasi-neuve et l'optimisation du traitement des images topographiques (lissage et contraste) nous permet de discerner la quasi totalité des dislocations traversantes, comme on peut le constater sur les **Figures A-8 a et b**. En revanche, il n'est pas toujours aisé de distinguer les dislocations coins (type *a*) des dislocations à composante vis (type *c* et *a+c*).

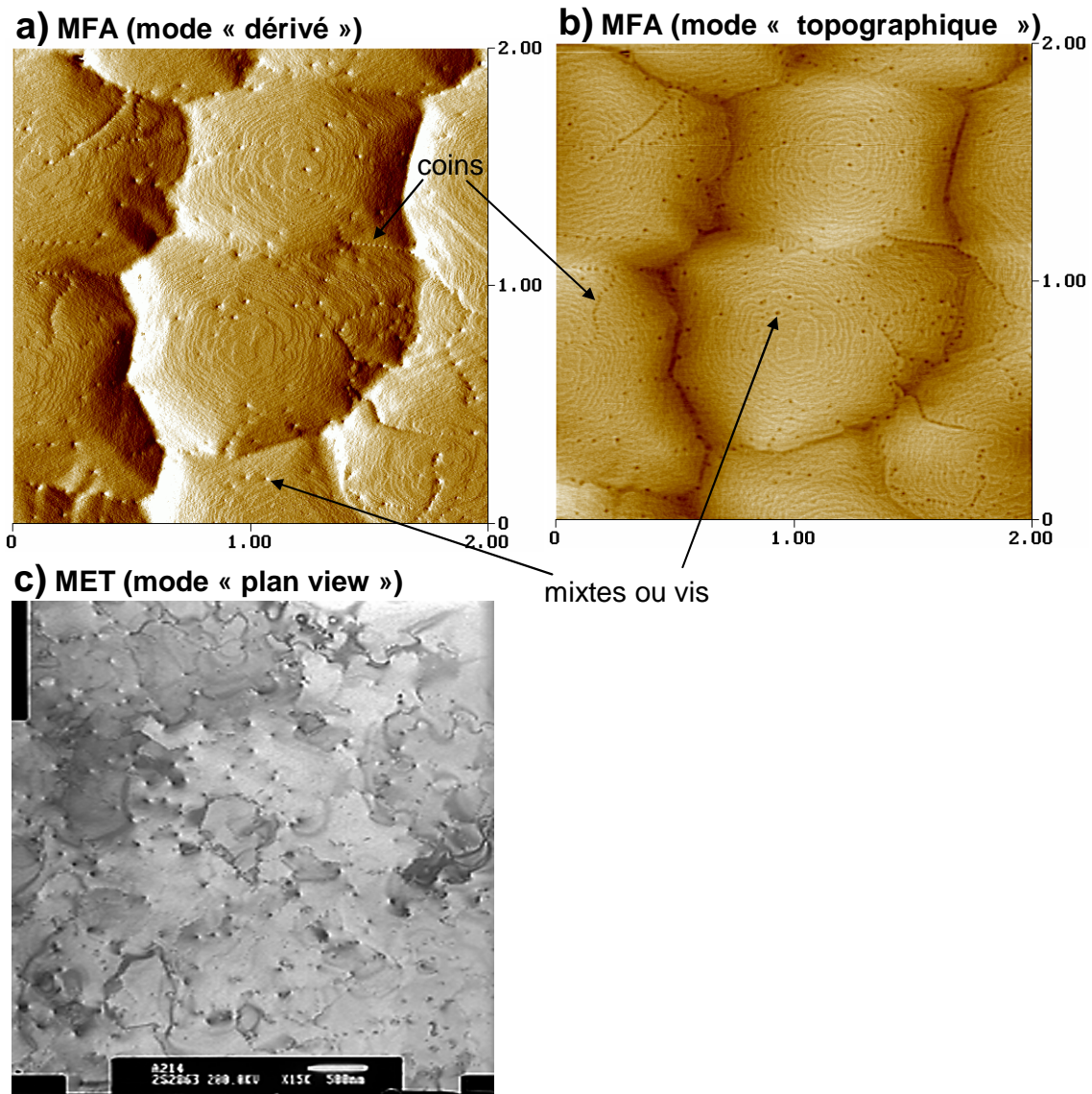


Figure A-8 : surface d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN épitaxiée par EJM-NH₃ sur substrat Si(111) vue par MFA en mode « dérivé » (a) et « topographique » (b), et par MET en vue plane (c)

b. Rugosité (RMS)

La rugosité RMS (root mean square value) est l'écart type de la hauteur Z mesurée sur une surface donnée. Elle mesure donc la dispersion d'une série de valeurs de Z autour de leur moyenne $\langle Z \rangle$.

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (Z_i - \bar{Z})^2} \quad \text{Equation A-7}$$

avec Z_i la valeur de Z au point i , \bar{Z} la moyenne de Z sur la surface mesurée, et N le nombre de points de mesure.

A14. Mesure de Courbure

La mesure de la courbure de l'échantillon permet de remonter à l'état de contrainte totale de la couche. En effet, la courbure dépend de l'équilibre des forces dans chaque couche de l'empilement.

a. Mesure *in situ*

LAYTEC est une entreprise allemande spécialisée dans la mise au point et la commercialisation de systèmes de mesures *in situ* telles que la réflectivité, la courbure, la température, etc.

La **Figure A-9** présente le principe de la mesure de courbure *in situ* :

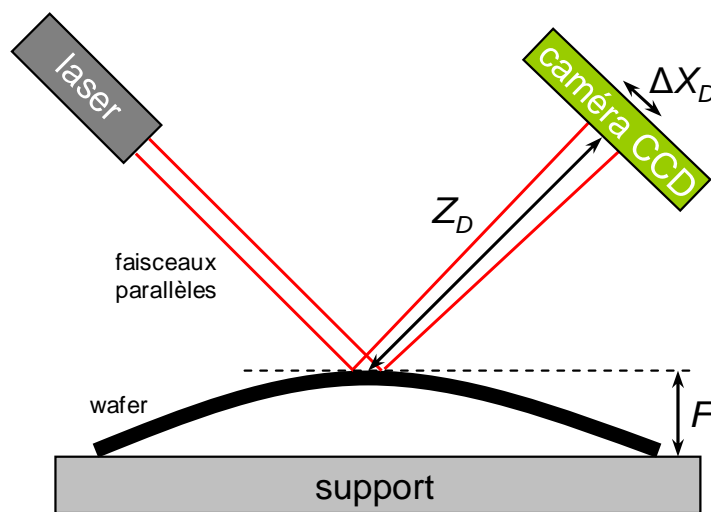


Figure A-9 : schéma du principe de la mesure de courbure *in situ*

Deux faisceaux laser parallèles sont dirigés vers l'échantillon et captés après réflexion par une caméra CCD qui, au moyen d'un programme sur ordinateur, détermine la distance ΔX_D entre les deux spots laser.

La courbure κ est donnée par la relation :

$$\kappa = \frac{1}{R} \cong -\frac{\Delta X_D - \Delta x_0}{2\Delta x_0 Z_D} \quad \text{Equation A-8}$$

avec ΔX_D la distance entre les 2 spots mesurée sur la caméra CCD, Δx_0 la distance entre les 2 spots mesurée sur la caméra CCD pour une courbure nulle, et Z_D la distance entre la zone de mesure sur l'échantillon et la caméra CCD.

b. Mesure ex situ

La mesure consiste à parcourir avec un profilomètre la surface du wafer le long de son diamètre. A partir de la flèche F obtenue, nous en déduisons la courbure κ de l'échantillon selon l'Equation A-9.

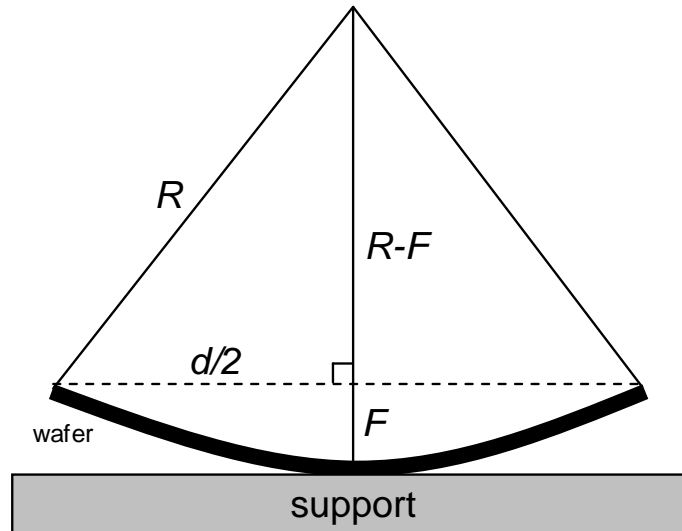


Figure A-10 : schéma de principe pour le calcul de la courbure à partir de la flèche obtenue par profilomètre

D'après la Figure A-10 on a $R^2 = (R - F)^2 + \left(\frac{d}{2}\right)^2$

Le rayon de courbure R est donc donné par la relation suivante :

$$R = \frac{1}{\kappa} = \frac{F}{2} + \frac{d^2}{8F} \quad \text{Equation A-9}$$

avec R le rayon de courbure, κ la courbure, F la flèche et d le diamètre du wafer. En pratique, la valeur de d est prise comme la distance sur laquelle la mesure au profilomètre a été faite.

Pour $F \ll d$ l'Equation A-9 peut être simplifié en $R = \frac{1}{\kappa} \approx \frac{d^2}{8F}$

A2. Optique

A21. Photoluminescence (PL) et Réflectivité (R)

Cette technique permet d'étudier les propriétés optiques des semi-conducteurs. Les expériences de PL consistent à exciter un semi-conducteur avec un rayonnement dont l'énergie $h\nu$ est supérieure à sa largeur de bande interdite afin de générer des paires électrons-trous. Le cristal va alors se désexciter par une série de recombinaisons radiatives (émission de photons) ou non radiatives de ces porteurs. Dans le cas d'une recombinaison radiative l'énergie des photons émis par le cristal correspond à différentes transitions qui dépendent du semi-conducteur considéré, et l'intensité de l'émission est fonction de la probabilité de la transition et de celles des autres chemins de recombinaison.

Les principales informations déduites d'un spectre de photoluminescence sont :

- La longueur d'onde (ou énergie) de la photoluminescence qui est caractéristique du gap du matériau. Ce dernier est dépendant de la composition et de l'état de contrainte du matériau, ainsi que de sa température.
- La largeur à mi-hauteur du pic de photoluminescence qui est reliée à la présence de défauts et d'impuretés dans le matériau.

La réflectivité (R) permet en complément de la PL de localiser précisément l'énergie des excitons.

Un spectre de réflectivité permet de lire l'intensité lumineuse réfléchie, et donc le coefficient de réflexion du matériau étudié, en fonction de la longueur d'onde incidente. Cette technique met principalement en évidence les transitions excitoniques relatives aux couches massives et aux puits quantiques, mais elle permet également de voir des transitions extrinsèques dues à des impuretés dans le cas de matériaux très dopés. Les spectres de réflectivité présentent des variations au voisinage des résonances excitoniques. En effet, aux énergies proches de cette résonance, l'interaction entre le photon incident et l'exciton est forte, ce qui provoque d'importantes variations de la constante diélectrique et par suite de l'indice optique, des coefficients de réflexion et donc des spectres de réflectivité.

L'accès à la structure fine des niveaux d'énergie nécessite de se placer à basse température afin de réduire les interactions avec les phonons. De plus, les durées de vie radiatives augmentant avec la température (sauf celles des niveaux localisés), et les processus non radiatifs étant thermiquement activés, l'efficacité radiative des semi-conducteurs est une fonction décroissante de la température [12].

Un spectre de PL de GaN homoépitaxié sur substrat GaN est présenté à la **Figure A-11** [13]:

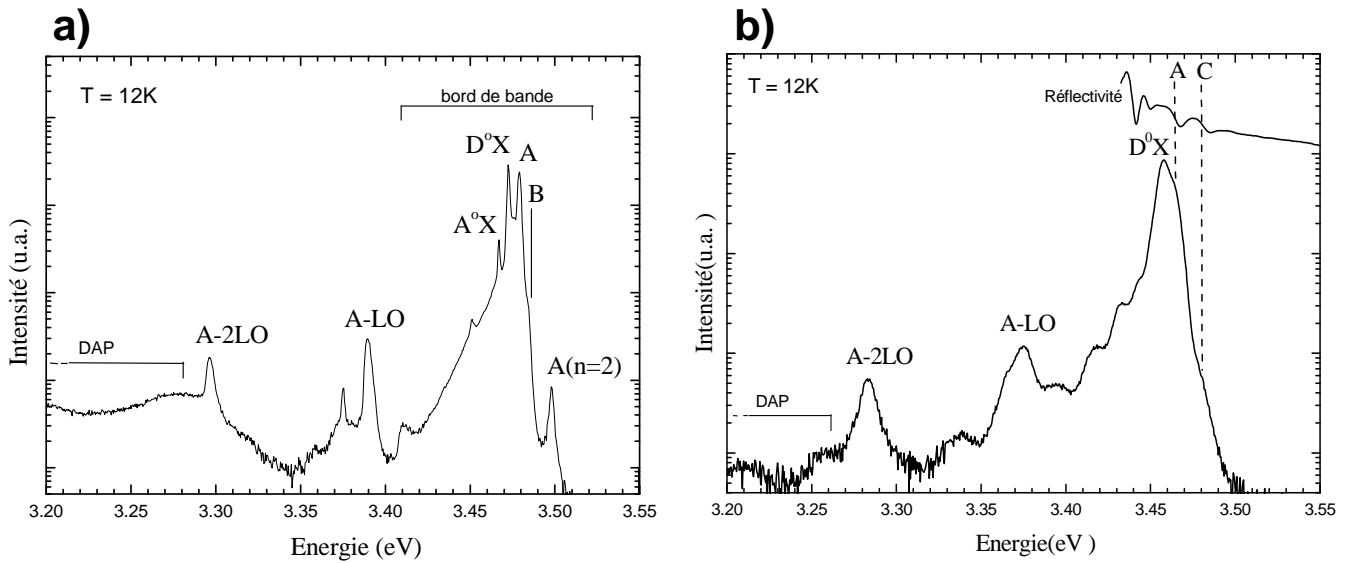


Figure A-11 : spectre de photoluminescence à 12K : a) GaN homoépitaxiée sur un substrat GaN et b) GaN (3,06µm) épitaxié sur substrat Si(111) ; d'après F. Natali [13]

En bord de bande de GaN, on n'observe pas de recombinaison bande à bande mais plutôt des excitons libres ou liés aux impuretés. Un exciton est formé d'un trou et d'un électron libre liés entre eux par l'attraction coulombienne. L'énergie de liaison pour un exciton créé dans un semi-conducteur isotrope est donnée dans un modèle hydrogénoïde par :

$$E_x = \frac{m_r^* q^4}{2h^2 \epsilon^2} \frac{1}{n^2} = R_y \frac{1}{n^2} \quad \text{Equation A-10}$$

avec n entier ≥ 1 et m_r^* la masse effective réduite telle que $\frac{1}{m_r^*} = \frac{1}{m_e^*} + \frac{1}{m_h^*}$

Les énergies des transitions excitoniques sont données par :

$$h\nu = E_g - E_x \quad \text{excitons libres (A, B, C)} \quad \text{Equation A-11}$$

$$h\nu = E_g - E_x - E_{D^0X, D^0A} \quad \text{exciton lié au donneur neutre } D^0X \text{ (ou } I_2) \quad \text{Equation A-12}$$

ou à un accepteur neutre A^0X (ou I_1)

D'autres types de transitions existent comme celles liées aux paires donneurs-accepteurs (DAP pour *donor acceptor pairs*) et dont l'énergie de transition radiative est donnée par :

$$h\nu = E_g - E_D - E_A + \frac{q^2}{\epsilon r} \quad \text{Equation A-13}$$

avec E_D et E_A les énergies d'ionisation des donneurs et des accepteurs respectivement, et r la distance séparant les impuretés.

Les interactions avec les phonons, principalement optiques longitudinaux (LO) du réseau sont également possibles pour chacune des ces transitions dont l'énergie est donnée par :

$$h\nu = E - nE_{LO} \quad \text{avec } E_{LO} = 91,5 \text{ meV dans GaN.}$$

Le **Tableau A-1** résume les énergies des transitions généralement observées dans un spectre de photoluminescence d'une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN.

Transition	Notation	Energie radiative (10K)
Exciton libre A	A	3,478 eV (dépend de la contrainte)
Exciton libre B	B	$E_A + 7-8 \text{ meV}$ (dépend de la contrainte)
Exciton libre C	C	$E_A + 20 \text{ meV}$ (dépend de la contrainte)
Exciton lié à un donneur neutre	D^0X ou I_2	$E_{A,B} - 6 \text{ meV}$
Exciton lié à un accepteur neutre	A^0X ou I_1	$E_{A,B} - 11-12 \text{ meV}$
1 ^{ère} réplique phonon de la transition γ	$\gamma - LO$	$E_\gamma - 91 \text{ meV}$
2 ^{ème} réplique phonon de la transition γ	$\gamma - 2LO$	$E_\gamma - 182 \text{ meV}$
Paires donneurs-accepteurs	DAP	$E_{\max} \sim 3,27 \text{ eV}$
Bande H	H	$\sim 3,10 \text{ eV}$ (transition large fréquemment observée dans les structures HEMTs et qui semble provenir d'un puit de surface)
Exciton libre ou lié dans la barrière (Al,Ga)N	AlGaN	$3,8 \text{ eV} < E_{\text{AlGaN}} < 4,5 \text{ eV}$ (fonction du taux d'aluminium)

Tableau A-1 : transitions radiatives principales observées dans une structure HEMT (Al,Ga)N/GaN à 10K

L'hétéroépitaxie des nitrures d'éléments III sur des substrats de nature différente va générer des contraintes lors de la croissance (désaccords des paramètres de maille) et des changements de températures (désaccords des coefficients d'expansion thermique). La contrainte résiduelle biaxiale présente à la température de mesure dans le matériau induira un décalage en énergie des transitions [14-16]. La **Figure A-12** rend compte des variations en énergie du pic d'émission du bord de bande de GaN à 10K. En dessous de 50K, cette émission est dominée par la transition de l'exciton lié à un donneur neutre I_2 possédant une énergie de localisation d'environ 6 meV.

Notons que pour une couche GaN fortement déformée en extension ($E_A < 3,457 \text{ eV}$), l'émission prépondérante correspond à la transition de l'exciton B lié à un donneur résiduel neutre ($I_2(B)$) et non plus à la transition de l'exciton lié à un donneur résiduel neutre ($I_2(A)$). Nos échantillons présentant

une émission du bord de bande à 10K toujours supérieure à 3,457 eV, l'énergie de l'exciton libre A peut être déterminée simplement à partir de l'énergie $I_2(A)$ par la relation $E_A = I_2(A) + 6\text{meV}$ (**Tableau A-1**).

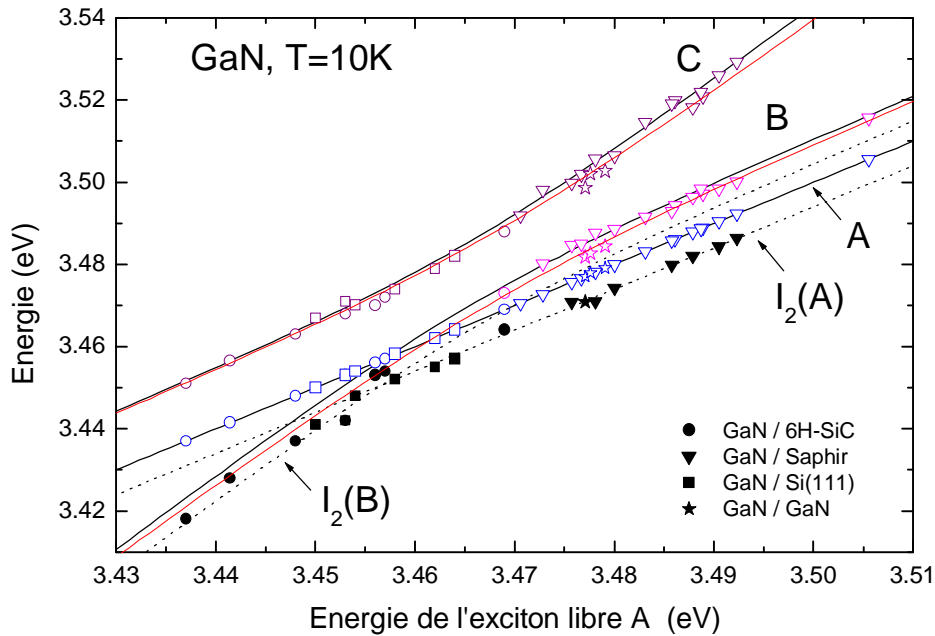


Figure A-12 : évolution de l'énergie des excitons libres (A, B, C) et liés ($I_2(A)$, $I_2(B)$) en fonction de l'énergie de l'exciton libre A [16]

A3. Electrique

Pour procéder aux mesures électriques, nous disposons d'un banc de mesure sous pointes associé à deux alimentations Courant-Tension et un LCRmètre programmables contrôlés par une station de travail. Ce système présente les avantages que sont la reproductibilité des mesures, la vitesse d'exécution ainsi que le contrôle de la limitation des tensions et des courants.

Ce dispositif permet d'obtenir :

- Les différentes caractéristiques du transistor HEMT telles que $I_{gs}(V_{gs})$, $I_{ds}(V_{ds})$ et $I_{ds}(V_{gs})$.
- La mesure TLM
- La mesure de Van der Pauw et de Hall
- La mesure Capacité-Tension $C_{gs}(V_{gs})$

Pour la mesure $C(V)$, nous disposons également d'une sonde à bille de mercure qui ne nécessite aucun procédé technologique et permet une mesure directement sur la surface de l'échantillon.

A31. Capacité-Tension $C(V)$

La mesure $C(V)$ est réalisée grâce à une sonde à bille de mercure (**Figure A-13 gauche**) et un LCR Mètre de type Agilent 4284A.

Le mercure forme un contact redresseur avec le semi-conducteur, mais sa qualité médiocre et la surface imposante du contact de source permet de le considérer comme un contact ohmique qui introduit donc une faible erreur sur la tension réelle appliquée.

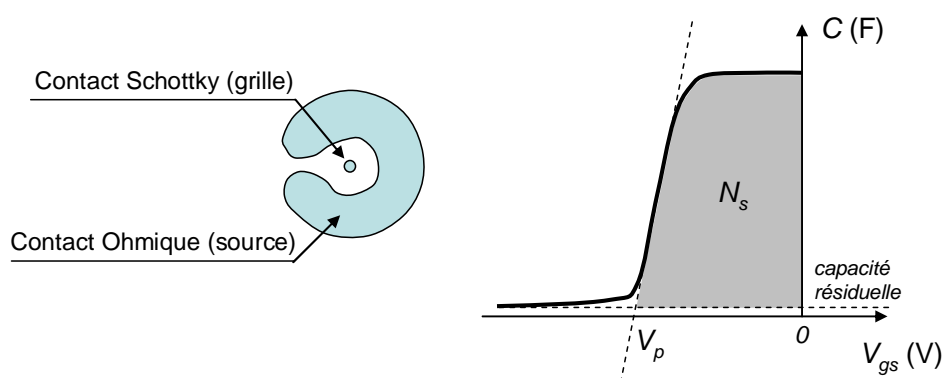


Figure A-13 : schéma représentant à gauche les contacts Ohmique et Schottky réalisé par la sonde $C(V)$ à bille de mercure, et à droite une caractéristique $C(V)$

Sous l'effet d'une tension négative V_{gs} appliquée sur le contact Schottky, la zone de charge d'espace (ZCE) voit son volume augmenter du côté du matériau semi-conducteur. Cette dernière vient désertier totalement le canal 2DEG pour une tension dite de « pincement » ($V_{gs} = V_p$). La ZCE se comporte comme une capacité plan parallèle dont les deux électrodes se trouvent pour la première à l'interface métal/semi-conducteur et pour la deuxième là où résident des charges libre, à une distance W qui dépend de la tension appliquée sur la grille Schottky.

L'intégrale de la courbe $C(V)$ de $V_{gs} = 0V$ à $V_{gs} = V_p$ est égale à la densité surfacique de porteurs N_s du 2DEG (**Equation A-14**). De plus, en faisant l'hypothèse d'un matériau uniformément dopé, il est possible de remonter au profil de la densité de donneurs N_d dans la structure (**Equation A-15**).

$$C = \frac{-dQ}{dV} = q \cdot A \cdot N_d \cdot \frac{dW}{dV}$$

$$C = \frac{K_s \cdot \epsilon_0 \cdot A}{W}$$

$$N_s(CV) = \frac{1}{q \cdot A} \int_{V_p}^0 (C_{mesurée} - C_{résiduelle}) \cdot dV$$

Equation A-14

$$N_d(W) = \frac{2}{q \cdot K_s \cdot \epsilon_0 \cdot A^2 \cdot \frac{d(1/(C_{mesurée} - C_{résiduelle})^2)}{dV}}$$

Equation A-15

Avec Q la charge du semiconducteur

W la largeur de la ZCE

q la charge de l'électron ($\sim 1,602 \times 10^{-19}$ Cb)

A l'aire du contact Schottky

V la tension appliquée sur le contact Schottky

N_d la densité de donneurs (dN_d/dV supposé négligeable)

ϵ_0 la permittivité du vide ($\sim 8,854 \times 10^{-12}$ F/m)

$K_s = \epsilon_r / \epsilon_0$ (9,25 pour GaN)

A32. Van der Pauw et Effet Hall

La résistance R d'un conducteur s'écrit :

$$R = \frac{\rho L}{S} = \frac{\rho L}{Wt} = R_{sh} \frac{L}{W} \quad \text{Equation A-16}$$

Avec ρ la résistivité, L la longueur, S la section transversale, W la largeur, t l'épaisseur, et R_{sh} la *résistance de feuille* (appelée également *résistance de couche* ou *résistance carrée*).

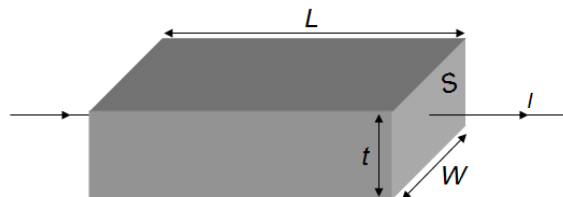


Figure A-14 : barreau de matériau conducteur parcouru par un courant I

La résistance de feuille R_{sh} est utilisée pour un système bidimensionnel, tel qu'un 2DEG, où la couche de matériau peut être considérée comme une entité à 2 dimensions. L'unité de la résistance de feuille est le Ohm, mais l'unité alternative « Ohm par carré » (noté Ohm/sqr ou Ohm.sqr) est communément utilisée lorsque $L = W$ ($R = R_{sh}$).

Pour effectuer la mesure de la résistance de feuille R_{sh} , nous utilisons un motif Hall (**Figure A-15**). Ce motif possède une géométrie qui permet d'utiliser la méthode de Van der Pauw, une mesure 4 points qui permet de s'affranchir de l'influence des contacts (forme, taille, résistance).

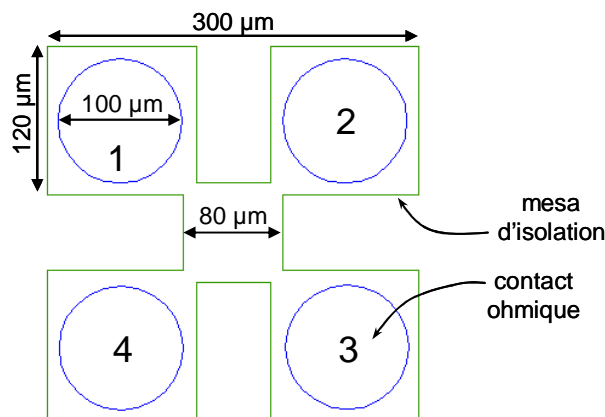


Figure A-15 : motif Hall utilisé sur nos échantillons

a. Van der Pauw

La méthode de Van der Pauw est la technique habituellement utilisée pour mesurer la résistance de feuille d'un matériau. La résistance de feuille d'un échantillon de forme arbitraire peut être déterminée à partir de la résistance mesurée le long du bord vertical ($R_{vertical}$) et celle mesurée le long du bord horizontal ($R_{horizontal}$). La résistance de feuille R_{sh} est liée à ces deux résistances par la formule de Van der Pauw [17]:

$$\exp(-\pi R_{horizontal} / R_{sh}) + \exp(-\pi R_{vertical} / R_{sh}) = 1 \quad \text{Equation A-17}$$

La résistance de feuille du matériau peut alors être exprimée sous la forme :

$$R_{sh} = \frac{\pi}{Ln2} \left(\frac{R_{horizontal} + R_{vertical}}{2} \right) \cdot f \quad \text{Equation A-18}$$

Le facteur de forme f qui permet de corriger les asymétries, satisfait la condition suivante :

$$\frac{R_{horizontal} - R_{vertical}}{R_{horizontal} + R_{vertical}} = \frac{f}{Ln2} ar \cosh\left(\frac{\exp(Ln2/f)}{2}\right) \quad \text{Equation A-19}$$

La mesure R_{sh} consiste donc à injecter un courant entre 1 et 2 (I_{12}) et à mesurer la tension entre 3 et 4 (V_{34}), puis à répéter l'opération en injectant un courant entre 2 et 3 (I_{23}) et en mesurant la tension entre 4 et 1 (V_{41}). On obtient alors deux résistances $R_{12,34} = V_{34}/I_{12}$ et $R_{23,41} = V_{41}/I_{23}$. Des valeurs plus précises seront obtenues en mesurant les résistances réciproques $R_{34,12}$ et $R_{41,23}$ et en effectuant une moyenne telle que :

$$R_{horizontal} = \frac{R_{12,34} + R_{34,12}}{2} \quad \text{Equation A-20}$$

$$R_{vertical} = \frac{R_{23,41} + R_{41,23}}{2} \quad \text{Equation A-21}$$

b. Effet Hall

Lorsqu'un champ magnétique \vec{B} est appliqué perpendiculairement au sens de passage d'un courant \vec{I} traversant un barreau conducteur ou semiconducteur, les porteurs sont déviés par la force de Lorentz \vec{F}_m (**Equation A-22**) vers un côté de l'échantillon et il en découle un déséquilibre des concentrations de charges entre les deux côtés du barreau. Cette distribution de charges donne naissance à un champ électrique \vec{E}_H transverse au courant, responsable d'une force électrique \vec{F}_e (force de Coulomb) qui agit sur les porteurs (**Equation A-23**) et qui va compenser cet effet. C'est l'effet Hall. Une tension appelée *tension de Hall* (V_H) apparaît alors et peut être définie en fonction de la densité surfacique de charges N_s (**Equation A-24**). La mesure d'Effet Hall permet donc de remonter à la densité de charges N_s du 2DEG.

$$\vec{F}_m = -q\vec{v} \wedge \vec{B} \quad \text{Equation A-22}$$

$$\text{avec } \vec{v} = \frac{I}{nqS}$$

$$\vec{F}_e = -q\vec{E}_H \quad \text{Equation A-23}$$

L'équilibre des deux forces mène à :

$$V_H = -\frac{IB}{qnt} = -\frac{IB}{qNs} \quad \text{Equation A-24}$$

où q la charge élémentaire de l'électron, v la vitesse des électrons, n la densité d'électrons, S la section transverse, t l'épaisseur de la couche et Ns la densité surfacique de charges.

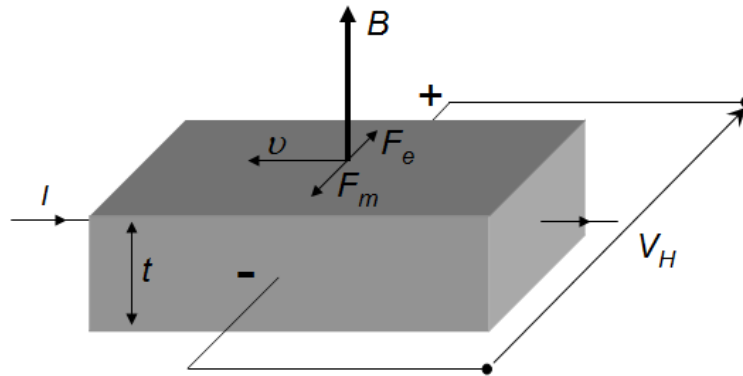


Figure A-16 : schéma illustrant le principe de l'Effet Hall

En pratique, nous effectuons la mesure d'Effet Hall sur le même motif que pour la mesure de la résistance de feuille. Tout d'abord, avec un champ magnétique positif (+B), un courant I_{24} est injecté entre 2 et 4 et la tension V_{13}^{+B} est mesurée entre 1 et 3. Ceci est alors répété pour I_{13} et V_{42}^{+B} . Comme précédemment, nous pouvons inverser le sens du courant, c'est-à-dire appliquer I_{42} et mesurer V_{31}^{+B} , puis appliquer I_{31} et mesurer V_{24}^{+B} . Les tensions V_{13}^{+B} et V_{31}^{+B} devraient être sensiblement similaires, de même que V_{42}^{+B} et V_{24}^{+B} . Un champ magnétique négatif (-B) est ensuite appliqué, et la procédure de mesure est répétée pour obtenir les tensions V_{13}^{-B} , V_{42}^{-B} , V_{31}^{-B} et V_{24}^{-B} .

Les différences de tensions pour le champ magnétique positif et négatif sont extraites tel que :

$$V_{13} = V_{13}^{+B} - V_{13}^{-B}$$

$$V_{42} = V_{42}^{+B} - V_{42}^{-B}$$

$$V_{31} = V_{31}^{+B} - V_{31}^{-B}$$

$$V_{24} = V_{24}^{+B} - V_{24}^{-B}$$

La tension de Hall moyenne V_H est donnée par :

$$V_H = \frac{V_{13} + V_{42} + V_{31} + V_{24}}{8} \quad \text{Equation A-25}$$

La densité N_s est alors déduite de l'**Equation A-24**, et la mobilité électronique μ s'expriment comme suit :

$$\mu = \frac{1}{qN_s R_{sh}} \quad \text{Equation A-26}$$

A33. Résistance des couches tampon (R_{tampon})

La résistance des couches tampon R_{tampon} est mesurée entre deux contacts ohmiques séparés par une mesa profonde de 150 nm réalisée par gravure sèche RIE.

La **Figure A-17** présente les 2 motifs d'isolation utilisés sur nos échantillons. Le premier motif, auquel nous avons principalement eu recours, est constitué de 2 plots carrés ($100 \times 100 \mu\text{m}^2$) distant de $100 \mu\text{m}$. Le second motif, qui n'a été que récemment implémenté sur nos masques de fabrication de composants (voir **Annexe B**), consiste en 2 peignes comprenant chacun 10 branches de $100 \mu\text{m}$ de longueur et séparés de 5, 10 et $20 \mu\text{m}$.

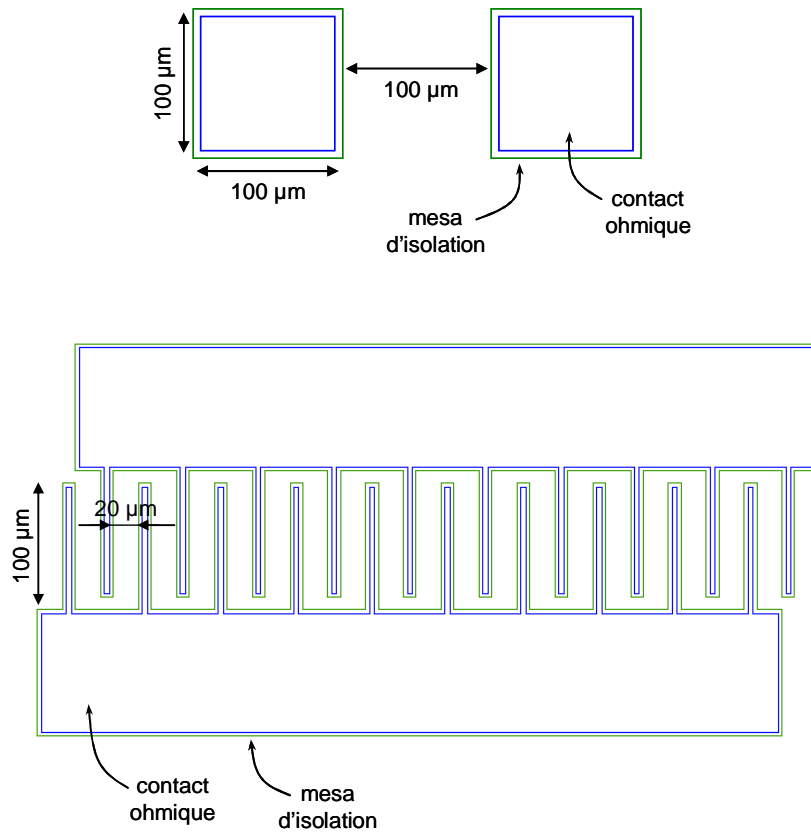


Figure A-17 : motifs d'isolation utilisés sur nos échantillons pour la mesure de la résistance des couches tampon R_{tampon}

A34. Résistance de contact (R_c)

Une détermination courante de la résistance de contact R_c est la technique TLM (Transmission Line Model). Elle est fondée sur l'hypothèse que la résistance de contact est déterminée par l'interface métal-semiconducteur et que la résistivité sous le contact est uniforme. La technique TLM requière un motif composé par une série de plots de contact espacés les uns des autres tels qu'illustrés à la **Figure A-18**.

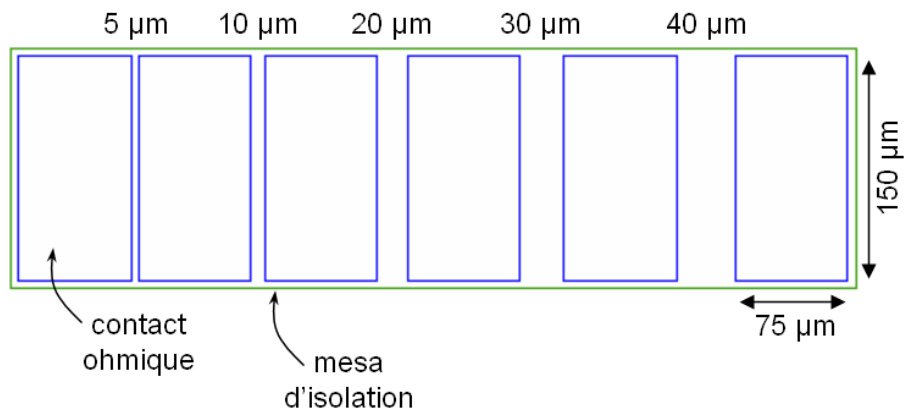


Figure A-18 : motif TLM utilisé sur nos échantillons

Des mesures $I(V)$ sont réalisées entre deux contacts consécutifs, et la résistance obtenue est reportée en fonction de l'espace entre les plots (**Figure A-19**). Sur cette caractéristique il est alors possible d'extraire la résistance de contact R_c et la résistance de feuille R_{sh} . En effet, la résistance R entre 2 contacts espacés de L est donnée par :

$$R = R_{sh} \frac{L}{W} + 2R_c \quad \text{Equation A-27}$$

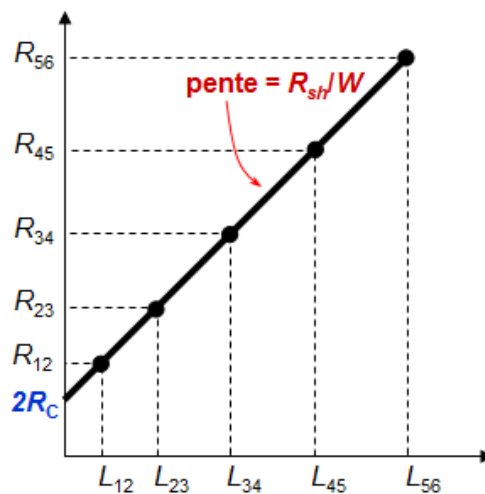


Figure A-19 : résistances en fonction de l'espace entre plots

Il est d'usage d'exprimer la résistance de contact en Ohm.mm en la multipliant par la largeur W des contacts ohmiques (0,150 mm dans notre cas).

A35. Transistor

Le motif transistor utilisé sur nos échantillons est présenté à la **Figure A-20** ci-dessous.

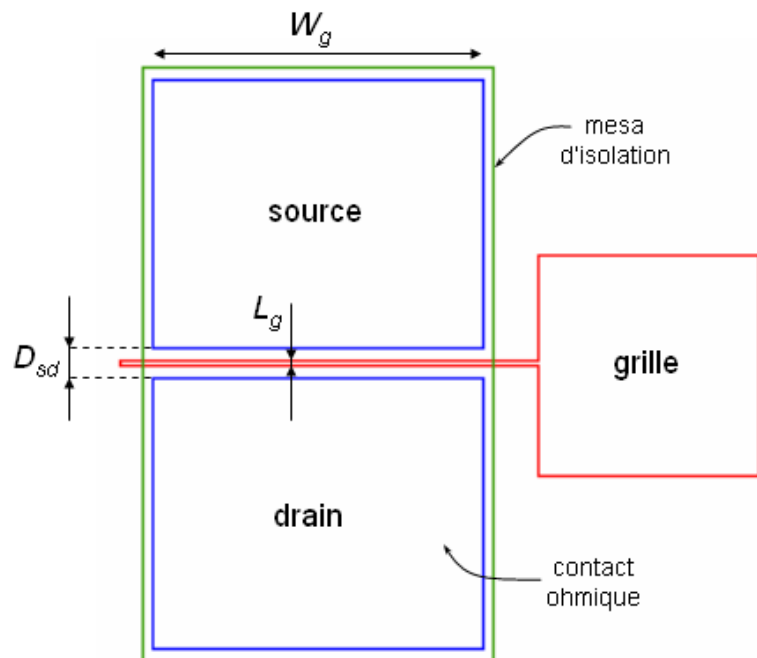


Figure A-20 : motif transistor utilisé sur nos échantillons

La caractéristique $I_{ds}(V_{ds})$ nous permet d'extraire le courant de saturation I_{dss} à $V_{gs} = 0V$ comme indiqué à la **Figure A-21**.

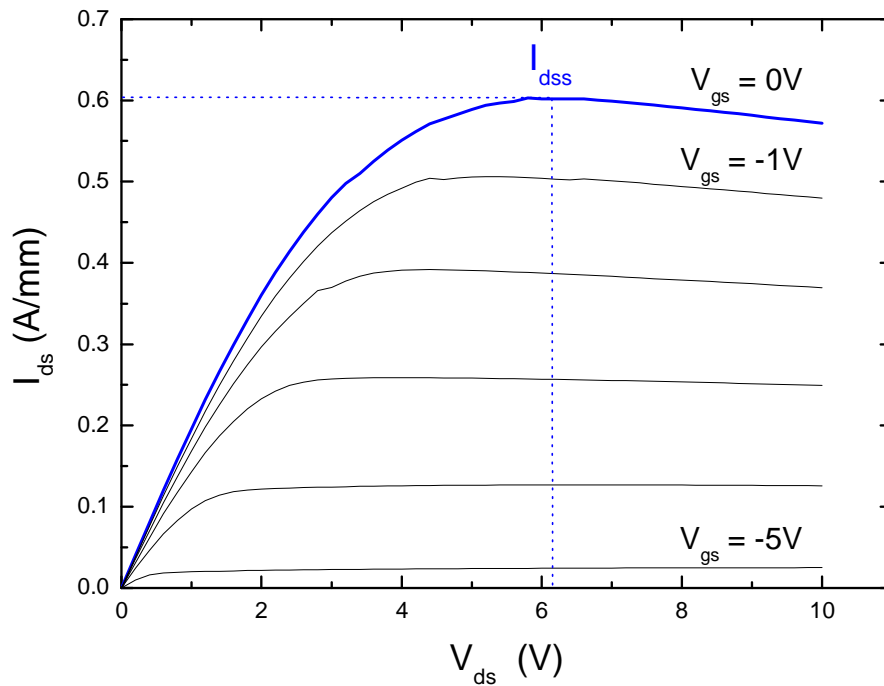


Figure A-21 : caractéristique $I_{ds}(V_{ds})$

La caractéristique $I_{ds}(V_{gs})$ (**Figure A-22a**) permet de connaître la tension de pincement du transistor, les courants de fuite des couches tampon, et d'obtenir la transconductance (après dérivation).

La tension de pincement V_p est extraite en traçant la caractéristique $\sqrt{I_{ds}}(V_{gs})$ (**Figure A-22b**). La valeur de V_p ainsi obtenue peut être comparée à celle déduite de la mesure par la sonde de capacité à bille de mercure (C(V)-bille-de-mercure) (**paragraphe A31**). Nous estimons le courant de fuite I_{ds}^{fuite} à $V_{gs} = V_p - 1V$ et $V_{ds} = 10V$ comme indiqué sur la **Figure A-22a**.

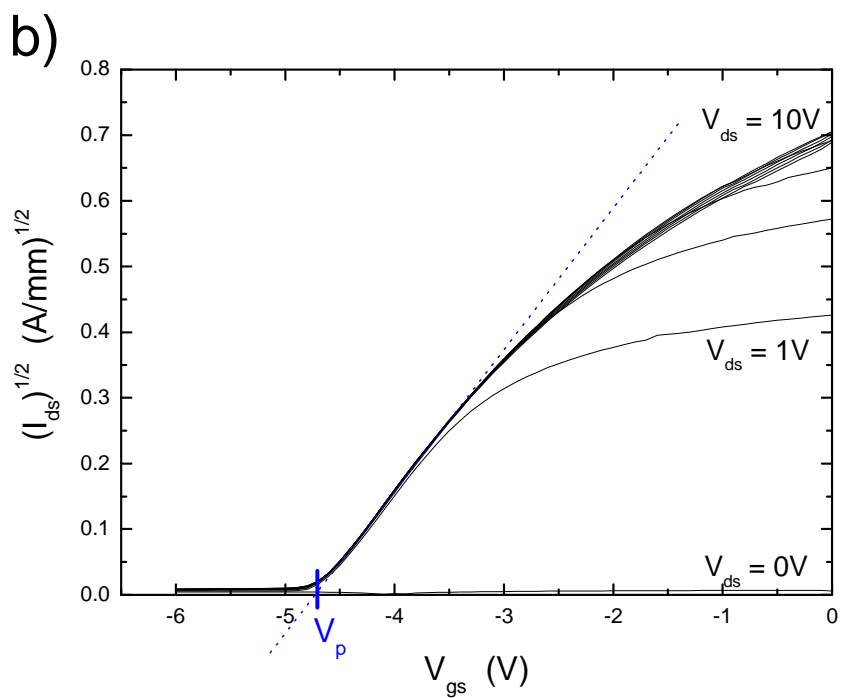
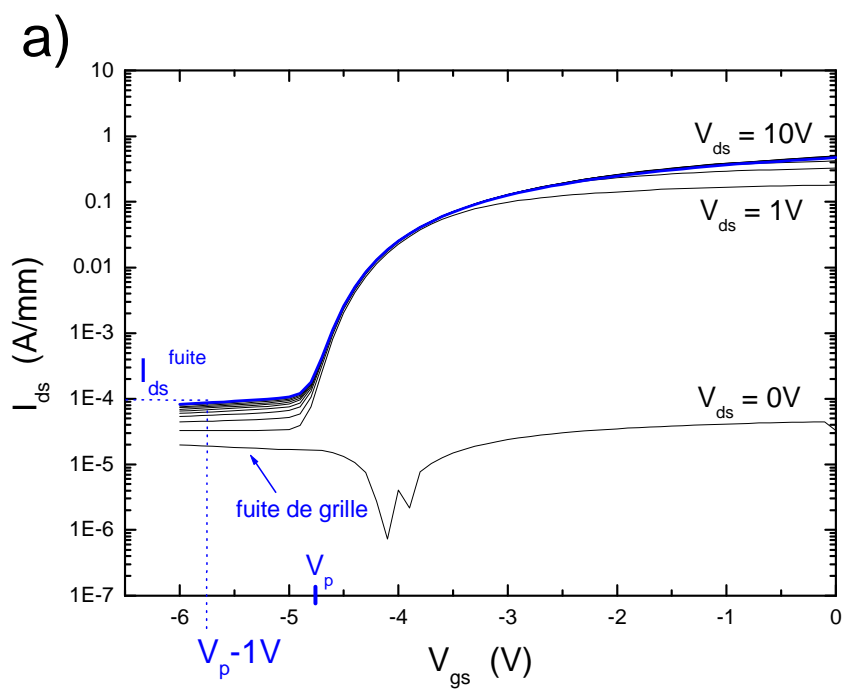


Figure A-22 : a) caractéristique $I_{ds}(V_{gs})$ et b) caractéristique $\sqrt{I_{ds}}(V_{gs})$

La transconductance est obtenue en dérivant la caractéristique $I_{ds}(V_{gs})$ à V_{ds} constante :

$$G_m = \left. \frac{\partial I_{ds}}{\partial V_{gs}} \right|_{V_{ds}} \quad \text{Equation A-28}$$

La transconductance nous informe sur la qualité du transport dans le canal ainsi que sur la modulation de la charge par la grille Schottky. Une valeur maximale G_m^{\max} est extraite pour un couple (V_{ds}, V_{gs}) comme indiqué sur la **Figure A-23**.

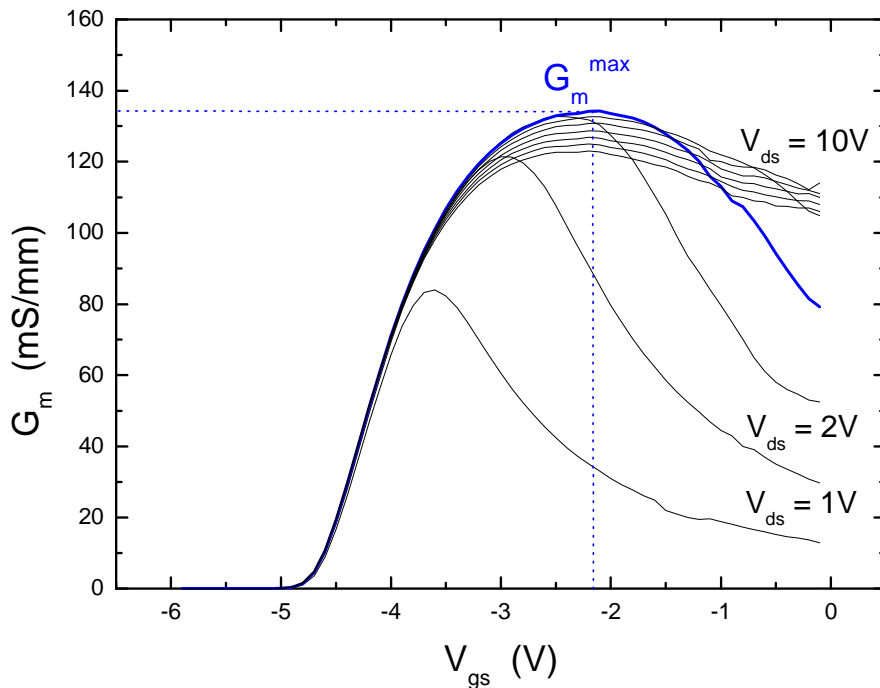


Figure A-23 : transconductance G_m obtenue à partir de la caractéristique $I_{ds}(V_{gs})$ de la **Figure A-22**

La caractéristique $I_{gs}(V_{gs})$ mesurée pour une tension V_{ds} nulle, permet de quantifier la qualité de la grille Schottky. De cette mesure on peut déterminer le courant de fuite de la grille (polarisation en inverse), ainsi que le coefficient d'idéalité et la hauteur de barrière de la diode Schottky (polarisation en direct).

Sur la mesure du courant de grille I_{gs} en inverse (**Figure A-24**), nous pouvons distinguer une *zone 1* où le transistor est passant et une *zone 2* où le transistor est bloqué. Le courant de fuite de grille occasionné par effet tunnel se mesure dans cette *zone 2*. Dans notre cas, nous estimons le courant de fuite I_{gs}^{fuite} pour une tension de grille $V_{gs} = V_p$ comme indiqué à la **Figure A-24**.

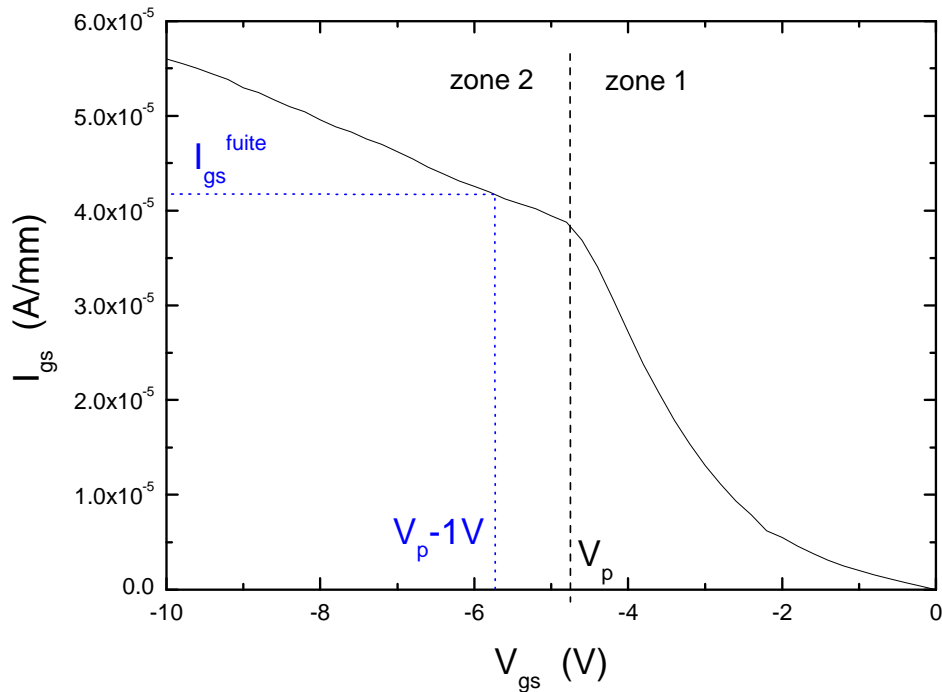


Figure A-24 : caractéristique $I_{gs}(V_{gs})$ en inverse

La hauteur de barrière ϕ_b peut directement être mesurée sur la caractéristique en direct comme indiqué sur la **Figure A-25a**. A partir de cette même caractéristique en direct tracée avec une échelle logarithmique (**Figure A-25b**), il est possible de déduire la tension de barrière V_b (tension de *built-in*) et le facteur d'idéalité n en utilisant la relation reliant la tension V_{gs} appliquée et le courant I créé par effet thermoïonique :

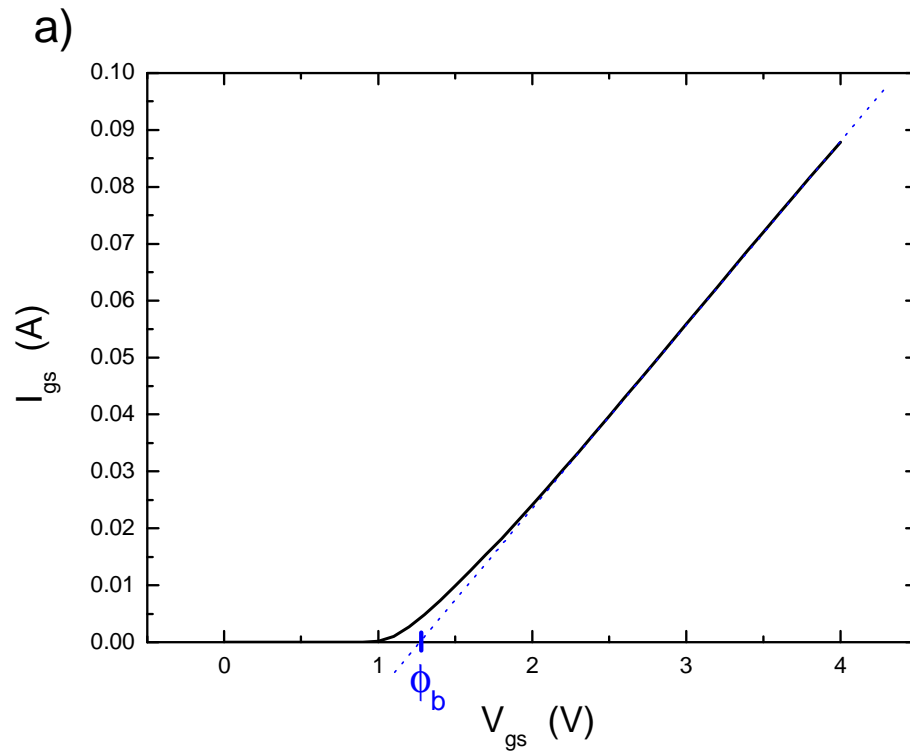
$$I = R.T^2 .S. \left[\exp\left(\frac{q.V_{gs}}{k.T.n}\right) - 1 \right] . \exp\left(\frac{-q.V_b}{k.T}\right) \quad \text{Equation A-29}$$

avec R la constante de Richardson ($120 \text{ A/cm}^2.\text{K}^2$), T la température (300K), S la surface de la grille (cm^2), k la constante de Boltzmann ($1,38 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$) et q la charge élémentaire de l'électron ($1,602 \times 10^{-19} \text{ C}$).

En faisant varier les deux paramètres V_b et n de manière à « fitter » la partie linéaire de la courbe $I_{gs}(V_{gs})$ on obtient les deux paramètres intrinsèques de notre contact Schottky. Le coefficient d'idéalité n traduit la qualité de l'interface métal/semiconducteur ($n = 1$ représente le contact

Schottky idéal). Dans notre cas, le facteur d'idéalité est souvent proche de 2. Le produit de V_b et n donne la hauteur de barrière ϕ_b :

$$\phi_b = V_b \cdot n \quad \text{Equation A-30}$$



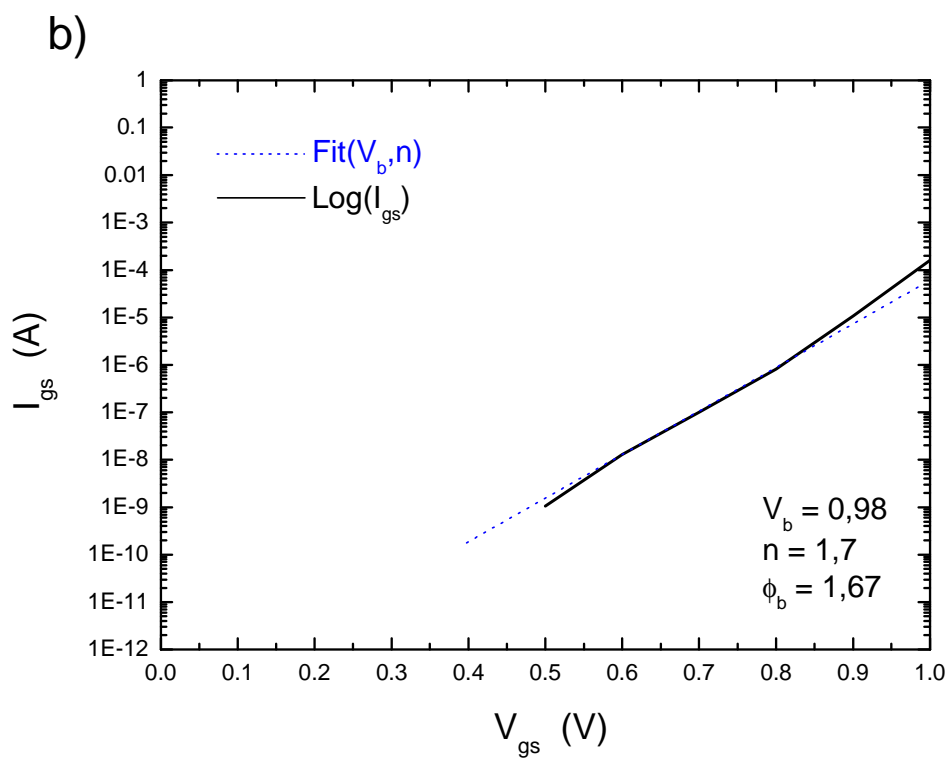


Figure A-25 : caractéristique $I_{gs}(V_{gs})$ en directe avec un tracé linéaire (a) et logarithmique (b)

Références de l'Annexe A

- [1] A. Y. Cho, *The technology and Physics of molecular beam epitaxy*, Parker E.H.C, Plenum (1985).
- [2] A. L. Louarn, *Première étape de la croissance de GaN sur Si(111): la nucléation d'AlN*, Université de Nice Sophia-Antipolis, **Thèse de doctorat** (2006).
- [3] K. Takayanagi, Y. Tanishiro, M. Takahashi and S. Takahashi, *J. Vac. Sci. Technol. A* **3**, 1502-1506 (1985).
- [4] M. A. Moram and M. E. Vickers, *Rep. Prog. Phys.* **72**, 036502 (2009).
- [5] T. Metzger, R. Höpler, E. Born, O. Ambacher, M. Stutzmann, R. Stömmer, M. Schuster, H. Göbel, S. Christiansen, M. Albrecht and H. P. Strunk, *Philosophical Magazine A* **77**, 1013 - 1025 (1998).
- [6] V. Srikant, J. S. Speck and D. R. Clarke, *Journal of Applied Physics* **82**, 4286-4295 (1997).
- [7] H. Amano, T. Takeuchi, H. Sakai, S. Yamaguchi, C. Wetzel and I. Akasaki, *Materials Science Forum (ECSCRM 2000)* **264**, 1115-1120 (1998).
- [8] H. Heinke, V. Kirchner, S. Einfeldt and D. Hommel, *Applied Physics Letters* **77**, 2145-2147 (2000).
- [9] S. Joblot, *Croissance d'hétérostructures à base de GaN sur substrat de silicium orienté (001): application aux transistors à haute mobilité d'électrons*, Université de Nice-Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat** (2007).
- [10] F. Frank, *Acta Crystallographica* **4**, 497-501 (1951).
- [11] B. Heying, E. J. Tarsa, C. R. Elsass, P. Fini, S. P. DenBaars and J. S. Speck, *Journal of Applied Physics* **85**, 6470-6476 (1999).
- [12] M. Leroux, N. Grandjean, B. Beaumont, G. Nataf, F. Semond, J. Massies and P. Gibart, *Journal of Applied Physics* **86**, 3721-3728 (1999).
- [13] F. Natali, *Elaboration, étude et application d'hétérostructures (Al,Ga)N/GaN épitaxiées par jets moléculaires sur Si(111)*, Université de Nice-Sophia Antipolis, **Thèse de doctorat** (2003).
- [14] B. Gil, O. Briot and R.-L. Aulombard, *Physical Review B* **52**, R17028 (1995).
- [15] M. Tchoukeu, O. Briot, B. Gil, J. P. Alexis and R.-L. Aulombard, *Journal of Applied Physics* **80**, 5352-5360 (1996).
- [16] M. Leroux, H. Lahrèche, F. Semond, M. Laügt, E. Feltin, N. Schnell, B. Beaumont, P. Gibart and J. Massies, *Materials Science Forum (ECSCRM 2000)* **353**, 795-798 (2001).
- [17] L. J. VanderPauw, *Philips Research Reports* **13** (1958).

Annexe B

Table des matières

<i>Annexe B – Procédé technologique</i>	243
B1. Masques	243
B11. Masque HEMT (Crhea)	243
B12. Masque RFET (Picogiga)	244
B13. Masque HEMT-SM (Crhea - Picogiga)	245
B2. Procédé technologique (CRHEA)	248

Annexe B – Procédé technologique

B1. Masques

B11. Masque HEMT (Crhea)

Le jeu de masques *HEMT* à 3 niveaux utilisé au Crhea, développé en 2001 (Y. Cordier, H. Haas), est celui qui a été majoritairement utilisé au cours de la thèse. Il présente plusieurs motifs à vocations différentes. Les motifs généralement utilisés pour la caractérisation des structures HEMT sont les suivants :

Les motifs **TLM** linéaires pour la mesure de la résistance de contact.

Les motifs **Hall** (avec et sans grille) pour la mesure de R_{sh} , μ et N_s .

Les motifs **TRANSISTOR** pour les mesures $I_{ds}(V_{ds})$, $I_{ds}(V_{gs})$, G_m , ...

La **Figure B-1** présente une cellule du masque *HEMT*. Pour plus de clarté, seuls les contours des motifs sont représentés.

Dimensions de la cellule : $x = 2850 \mu\text{m}$, $y = 2770 \mu\text{m}$

Niveaux : Mesa, Ohmique, Grille.

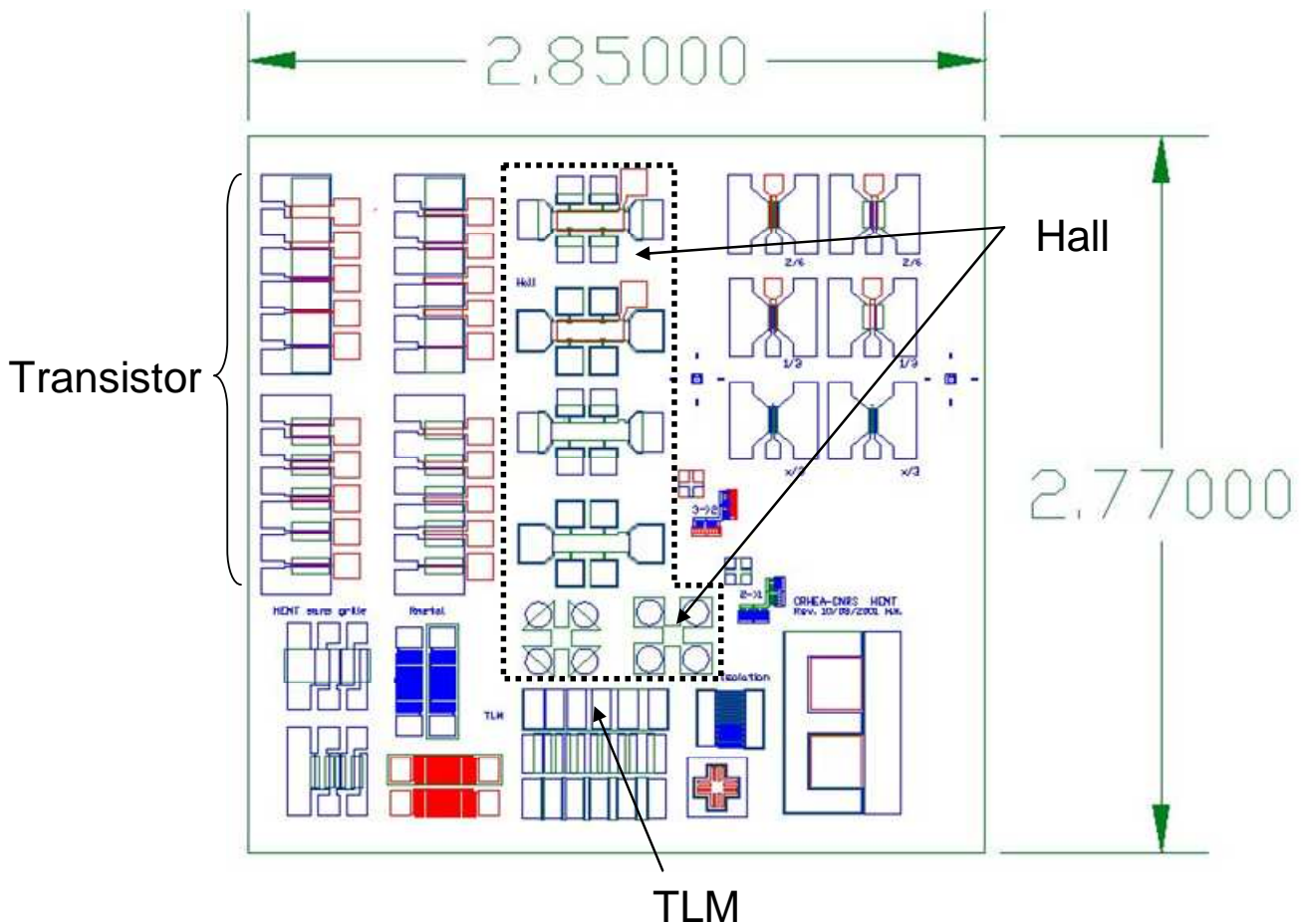


Figure B-1 : cellule du masque *HEMT* à 3 niveaux, un niveau Mesa (vert), un niveau Ohmique (bleu) et un niveau Schottky (rouge)

B12. Masque RFET (Picogiga)

Picogiga utilise depuis 2005 un jeu de masques *RFET* à 2 niveaux (H. Lahrèche, N. Baron). Celui-ci permet la réalisation de procédés technologiques rapides (1 jour) pour une qualification électrique quasi quotidienne du matériau et des structures de type HEMT. Ceci est rendu possible par la réalisation de motifs « circulaires » (Ring-FET) ne nécessitant pas d'étape d'isolation (gravure sèche non disponible à Picogiga).

La **Figure B-2** présente une cellule du masque *RFET*. Pour plus de clarté les motifs ont été hachurés en rouge clair (contact ohmique) et foncé (contact Schottky).

Dimensions d'un champ : $x = 3200 \mu\text{m}$, $y = 2400 \mu\text{m}$

Niveaux : OHM, SCHOT.

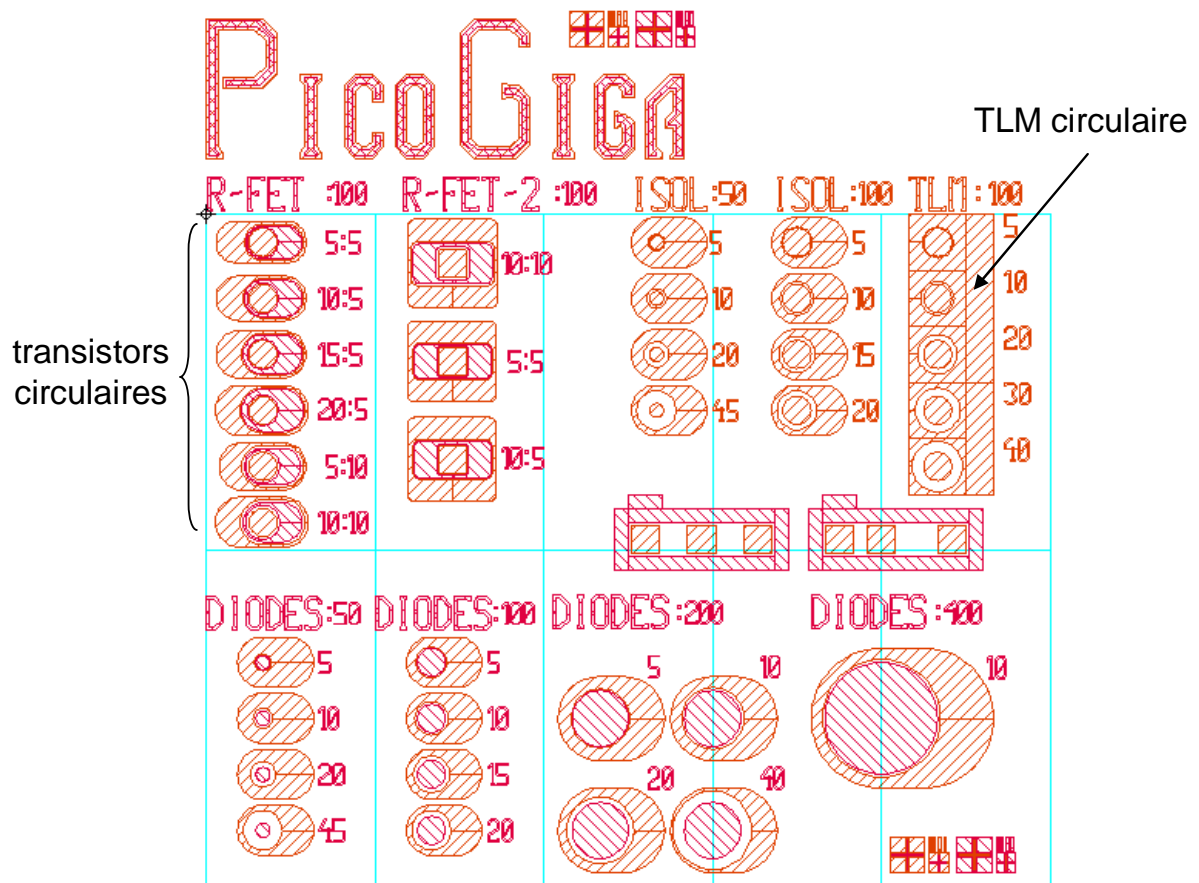


Figure B-2 : cellule du masque *RFET* à deux niveaux, un niveau Ohmique et un niveau Schottky

B13. Masque HEMT-SM (Crhea - Picogiga)

Un nouveau jeu de masques *HEMT-SM* à 5 niveaux a été développé en 2007 en collaboration avec Picogiga (N. Baron, M. Lijadi). La **Figure B-3** présente une cellule du masque *HEMT-SM*. Pour plus de clarté, seuls les contours des motifs sont représentés.

Dimensions d'un champ : $x = 3700 \mu\text{m}$, $y = 3600 \mu\text{m}$

Niveaux : Mesa, Ohmique, Résine air bridge, Grille, Epaisseur.

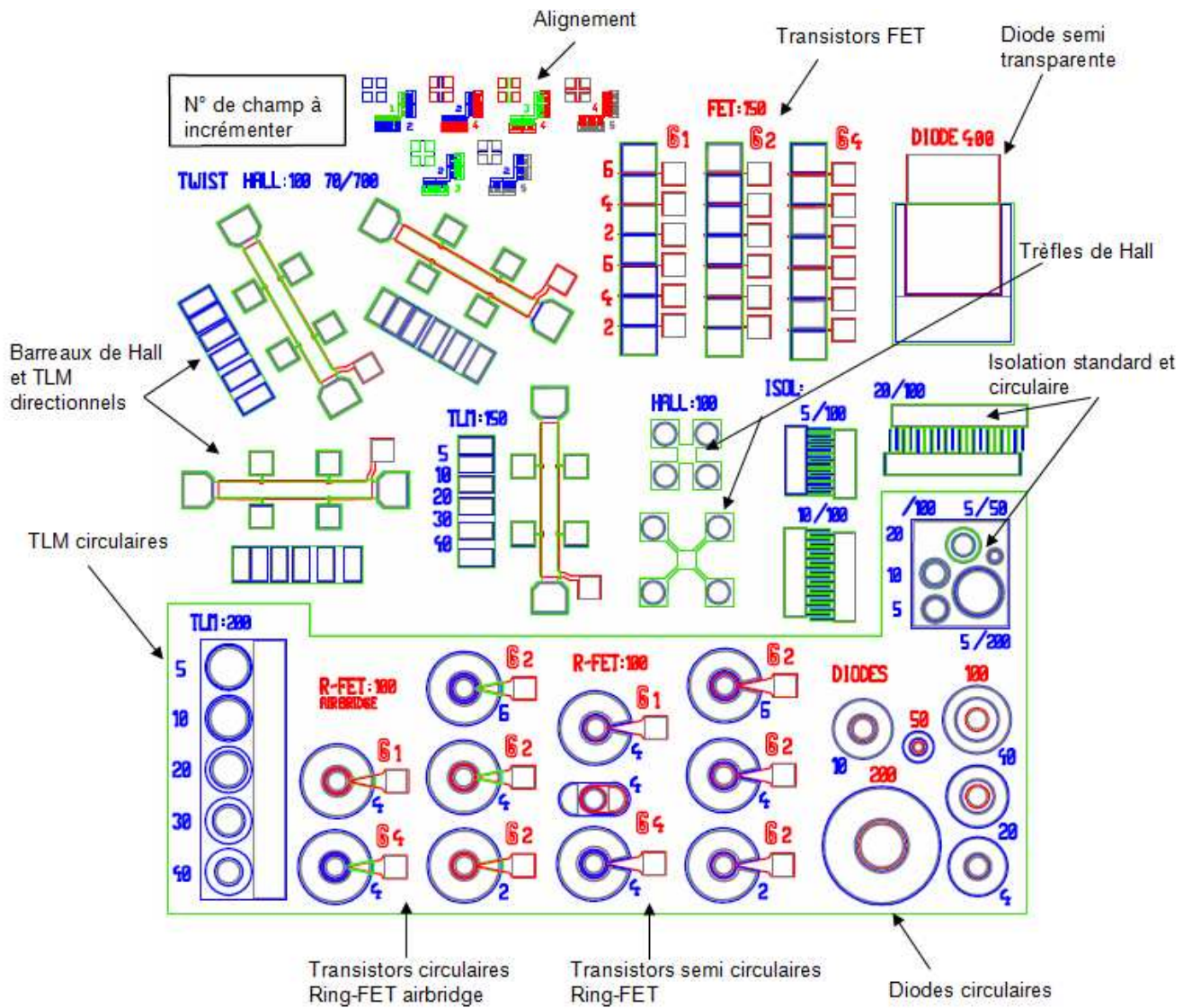


Figure B-3 : cellule du masque *HEMT-SM* à 5 niveaux, un niveau Mesa (vert), un niveau Ohmique (bleu), un niveau Résine air bridge (vert clair), un niveau Grille Schottky (rouge) et un niveau Epaisseur (noir)

L'objectif était de développer un nouveau jeu de masques commun entre Picogiga et le Crhea, prenant en compte les différents intérêts de chacun, et d'améliorer les motifs déjà existants sur les masques *RFET* utilisé par Picogiga et *HEMT* utilisé par le Crhea.

Picogiga

- Réalisation de procédés technologiques rapides (1 jour) pour une qualification électrique quasi quotidienne du matériau et des structures de type HEMT. Ceci est rendu possible par la réalisation de motifs « circulaires » ne nécessitant pas d'étape d'isolation (gravure sèche non disponible à Picogiga)
- Amélioration des motifs circulaires déjà présents sur la version *RFET* du masque développé par Picogiga en 2005 (**paragraphe A12**). En effet, dans le masque *RFET* on ne connaît pas exactement la largeur de grille des motifs circulaires, ce qui rend difficile la détermination des paramètres importants tels que la caractéristique $I(V)$ et la transconductance normalement exprimées en quantité/largeur de grille. La connaissance de ces paramètres est essentielle, notamment pour les comparer directement avec ceux obtenus par les clients de Picogiga. De plus, la détermination de ces paramètres électriques permet de remonter aux paramètres matériaux tels que la mobilité ou encore la densité de porteurs du gaz d'électrons. Dans le nouveau masque *HEMT-SM* ce point est donc corrigé, la largeur de grille des motifs circulaires est mieux maîtrisée. Nous avons également pris le soins de garder les anciens motifs circulaires sur le nouveau jeu masques *HEMT-SM* afin de pouvoir faire le lien avec les mesures électriques réalisées jusqu'ici sur le masque *RFET*.
- Possibilité d'utiliser des motifs transistors rectangulaires standards utilisés habituellement dans l'industrie. Ce nouveau masque *HEMT-SM* permet donc de comparer les caractéristiques des transistors HEMT à géométrie standard avec les transistors HEMT à géométrie circulaire (Ring-FET). Ceci nécessite tout de même une étape d'isolation (gravure sèche RIE par exemple) qui n'est pas disponible à Picogiga, mais qui est accessible au Crhea.

Crhea

- Réalisation de procédés technologiques complets (~ 3 jours) pour la caractérisation électrique du matériau et des structures de type HEMT (gravure sèche RIE disponible au Crhea)
- Etude optique des structures HEMT sous champ électrique (diode semi transparente)
- Etude du transport électrique selon une direction choisie (barreaux de Hall directionnels)
- Possibilité de réaliser des procédés technologiques rapides (1 jour). L'objectif étant de comparer les procédés complets (transistors rectangulaires nécessitant une gravure sèche ou circulaires avec pont à air) et rapide (nouveau et ancien transistor semi-circulaire) afin de déterminer la légitimité de ne faire ou non que le procédé rapide.

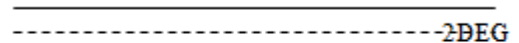
L'avantage d'un jeu de masques commun entre Picogiga et le Crhea est donc de pouvoir bénéficier du savoir faire acquis par chacun au niveau du procédé technologique des HEMT Nitrures et de travailler ensemble à son développement. Ce nouveau jeu de masques *HEMT-SM* permet d'une part de qualifier les structures plus efficacement et d'autre part d'améliorer la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu dans ces structures.

B2. Procédé technologique (CRHEA)

Les différentes étapes suivantes décrivent le procédé technologique utilisé au CRHEA.

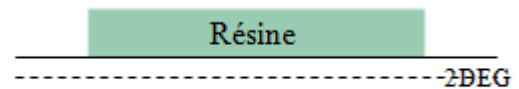
1) Préparation échantillon (Chimie)

- Trichloréthylène. + ultrasons **10 min**
- Acétone + ultrasons **10 min**
- Isopropanol + ultrasons **10min**



2) Lithographie Mesa (tournette gyrset RC8)

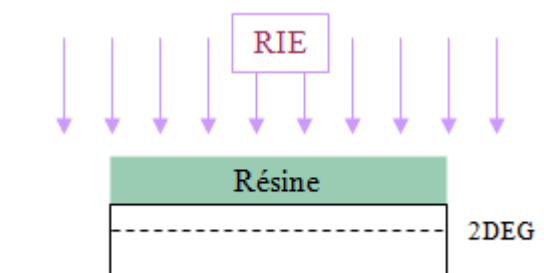
- Etalement Primer
- Etalement résine **AZ 5214**
- Recuit **115°C 2 min**
- Insolation **5 s** (masqueur MA 750)
- Développement **35 s Dev 726 MIF** non dilué
- Rinçage eau D.I. **2 min**



3) Gravure Mesa (RIE-ECR)

- Recuit **115°C 2min**
- Paramètres RIE :
 - Cl₂/CH₄/Ar : 13/2/2
 - RF= 20W
 - µonde= 600W
 - P=3 mTorr

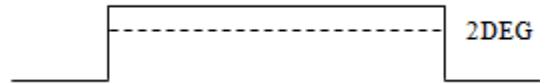
En général, on grave 1500 Å.



4) Retrait résine (chimie)

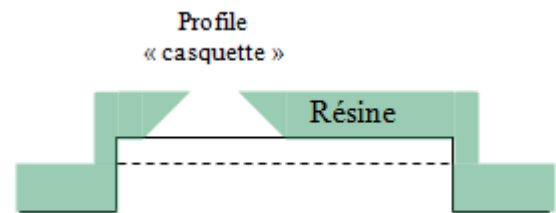
- Acétone + ultrasons **10 min**
- Isopropanol + ultrasons **10min**

(si des traces de résine subsistent, action mécanique ou *Remover*)



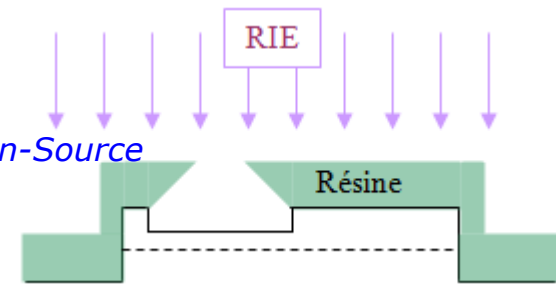
5) Lithographie Contact Ohmique Drain-Source (tournette gyrset RC8)

- Etallement Primer
- Etallement résine **AZ 5214**
- Recuit **115°C 2 min**
- Alignement + Insolation **2 s** (masqueur MA 750)
- Recuit **115°C 1 min 30** (inversion résine)
- Insolation pleine plaque **15 s** (masqueur MA 750)
- Développement **35 s Dev 726 MIF** non dilué
- Rinçage eau D.I. **2 min**



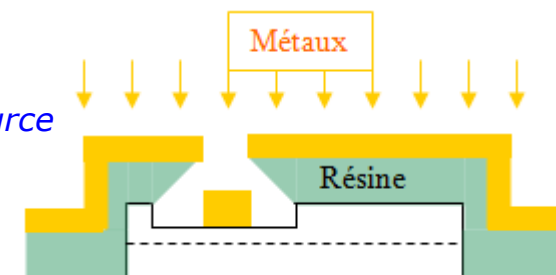
6) Préparation Contact Ohmique Drain-Source

- Gravure RIE des 2/3 de l'AlGaIn
- (temps estimé d'après la 1^{ère} gravure)
- Désoxydation **45 s** BOE (H₂O + HF + NH₄F)
- Rinçage eau D.I. **45 s**



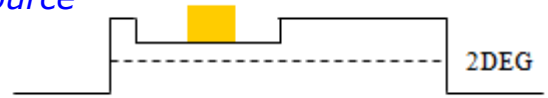
7) Dépôt Contact Ohmique Drain-Source

- Ti 150 Å** (I= 170 A)
- Al 750 Å** (I=35A)
- Ni 200 Å** (I=105 A)
- Au 1000 Å** (I=100 A)



8) "Lift Off" Contact Ohmique Drain-Source

- Acétone + ultrasons **10 min**
- Isopropanol + ultrasons **10 min**



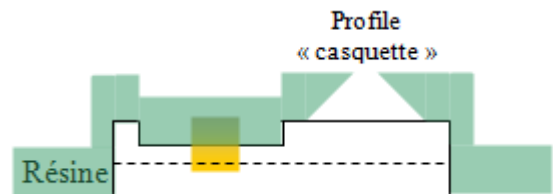
9) Recuit Contact Ohmique Drain-Source

- Recuit **745°C 30s.**



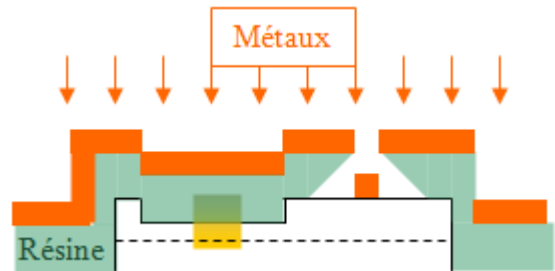
10) Lithographie Contact Schottky Grille (tournette gyrset RC8, prog 5)

- Etalement Primer
- Etalement résine **AZ 5214**
- Recuit **115°C 2 min**
- Alignement + Insolation **2 s** (masqueur MA 750)
- Recuit **115°C 1 min 30** (inversion résine)
- Insolation pleine plaque **15 s** (masqueur MA 750)
- Développement **35 s Dev 726 MIF** non dilué
- Rinçage eau D.I. **2 min**



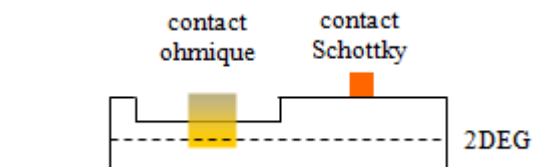
11) Dépôt Contact Schottky Grille

- Ni 200 Å** (I=105A)
- Au 1000 Å** (I=100A)



12) "Lift Off" Contact Schottky Grille

- Acétone + ultrasons **10 min**
- Isopropanol + ultrasons **10 min**



Annexe C

Table des matières

<i>Annexe C – Préparation chimique du substrat silicium</i>	253
C1. Nettoyage particulaire (RCA1 ou SC-1)	253
C2. Désoxydation (HF)	253

Annexe C – Préparation chimique du substrat silicium

C1. Nettoyage particulaire (RCA1 ou SC-1)

{ H₂O DI 100ml
H₂O₂ (100% massique) 20ml
NH₄OH (28% massique) 5ml

5min à 50°C sous ultrasons

Rinçage eau DI

Séchage pistolet azote (N₂)

C2. Désoxydation (HF)

{ H₂O 100ml
HF (39,5% massique) 5ml

1min à température ambiante

Rinçage eau DI

Séchage pistolet azote (N₂)

Remarque : la surface devient hydrophobe.

Quelques références [1, 2]

Références de l'Annexe C

- [1] H. Kato, T. Taoka, S. Nishikata, G. Sazaki, T. Yamada, R. Czajka, A. Wawro, K. Nakajima, A. Kasuya and S. Suto, *Japanese Journal of Applied Physics* **46**, 5701-5705 (2007).
- [2] H. Angermann, J. Rappich, L. Korte, I. Sieber, E. Conrad, M. Schmidt, K. Hübener, J. Polte and J. Hauschild, *Applied Surface Science* **254**, 3615-3625 (2008).

Annexe D

Luminescence and reflectivity characterization of AlGa_xN/GaN high electron mobility transistors

N. Baron^{*,1,2}, M. Leroux¹, N. Zeggaoui¹, P. Corfdir¹, F. Semond¹, Z. Bougrioua¹, M. Azize¹, Y. Cordier¹, and J. Massies¹

¹ Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications, CNRS, Rue Bernard Grégory, 06560 Valbonne, France

² Picogiga International, Place Marcel Rebuffat, Parc de Villejust, 91971 Courtaboeuf Cedex, France

Received 10 September 2008, accepted 26 October 2008

Published online 19 January 2009

PACS 78.55.Cr, 78.67.De, 78.68.+m, 85.30.Tv

* Corresponding author: e-mail nb@crhea.cnrs.fr, Phone: +33(0)4 93 95 78 27, Fax: +33(0)4 93 95 83 61

We report on the optical characterization by photoluminescence and reflectivity of Al_xGa_{1-x}N/GaN high electron mobility transistor structures. The samples studied were grown either by molecular beam epitaxy or metal-organic vapor phase

epitaxy, on silicon (111) or sapphire (0001) substrates. We focus on a broad luminescence band, shown to be related to the GaN cap layer (surface quantum-well) and its injection intensity dependence.

© 2009 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

1 Introduction Al_xGa_{1-x}N/GaN high electron mobility transistors (HEMTs) are an attractive candidate for high power and high frequency applications due to expected high saturated electron velocity and high breakdown voltage of nitrides, and remarkable achievements have been made in the recent years [1-6]. Above the (Al,Ga)N barrier of these transistors, a GaN cap layer is usually grown to engineer the band structure shape via piezoelectric effects [7], to control the device dispersion, or to minimize gate leakage. In this article, an optical characterization of Al_xGa_{1-x}N/GaN HEMT heterostructures is reported. We show an efficient optical emission from the GaN cap of these devices. The changes observed in the PL spectrum, in response to variations in GaN cap layer thickness or surface passivation, are analyzed and correlated to a Stark-shifted surface quantum well.

2 Experiments (Al,Ga)N/GaN HEMT structures were grown on silicon (111) or sapphire (0001) substrates by molecular beam epitaxy (MBE) or metal-organic chemical vapor deposition (MOCVD). Details of the growth of typical structures are reported elsewhere [8, 9]. The epilayers studied here consist of a thick GaN semi-insulating buffer followed by a 21 nm Al_xGa_{1-x}N barrier ($x \sim 0.28$) with an optional 1 nm thick AlN spacer to limit al-

loy scattering effect. Finally, a GaN cap layer, with thickness varying between 0 and 5 nm, is grown. Typical transport characteristics of the samples, for aluminium content (x) of 28%, are a 2-dimensional electron gas density of $9 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ and a mobility of $2000 \pm 200 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ at room temperature. Optical properties were investigated by photoluminescence (PL) and reflectivity in the 8 K-300 K temperature range. The PL spectra were excited either by a frequency doubled Argon laser (244 nm) or a HeCd laser (325 nm).

3 Results We first briefly discuss the reflectivity results. Due to the large Al content of the barriers, and hence large inhomogeneous broadening [10], no clear feature related to the (Al,Ga)N excitons is observed. On the other hand, in the vicinity of the GaN edge, the excitonic reflectivity lineshapes of HEMT structures are very different from those observed on bulk GaN, with absorption-like lineshapes instead of dispersive like ones (Fig. 1). This effect is due to the presence in front of GaN of a dielectric layer (the barrier, typically) whose optical thickness d is small compared to the light wavelength (d of the order of $\lambda/4$). The fitting of the reflectivity spectra gives barrier widths larger than the nominal ones, by 6 to 10 nm. This can be explained by the presence of a dead GaN layer (op-

tically inactive), due to the electric field at the GaN/barrier (or spacer) interface.

In the following will be discussed the low temperature PL spectra of HEMT structures, and in particular their dependence on the injection intensity. Figure 2 shows, for different excitation intensities, the 10 K PL spectra of a typical MBE-grown sample, with a 5 nm thick GaN cap.

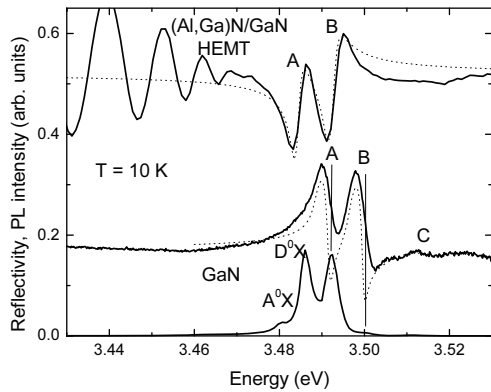


Figure 1 Low temperature PL and reflectivity spectra of a GaN sample and reflectivity spectrum of an HEMT structure. Dotted lines are calculated reflectivity spectra.

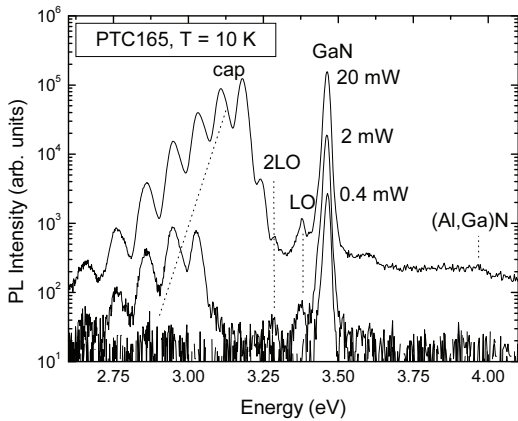


Figure 2 Low temperature PL spectra of an HEMT structure ($x = 0.28$) with a 5 nm-thick GaN cap, for 3 different excitation intensities.

At 3.97 eV can be observed a weak signal from the barrier band edge. We plot in Fig. 3 the dependence with x of the band edge PL energy of μm -thick, relaxed $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ layers grown either by MBE or MOCVD (full squares). Knowing the strain state of GaN in HEMTs from its PL signature, and using for $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ the known (0001) biaxial deformation potential of GaN [11] allows to deduce the band edge PL energies of the HEMT barriers if the growth is pseudomorphic. Figure 3 shows that a good

agreement is obtained between expected and measured barriers energies, for structures grown on sapphire or silicon.

Apart from the barrier PL, Fig. 2 shows also excitonic emission from the GaN buffer and its LO phonon replica, and a broad PL band below the GaN gap, displaying a spectacular redshift with decreasing excitation power (about 150 meV for a factor 10 decrease).

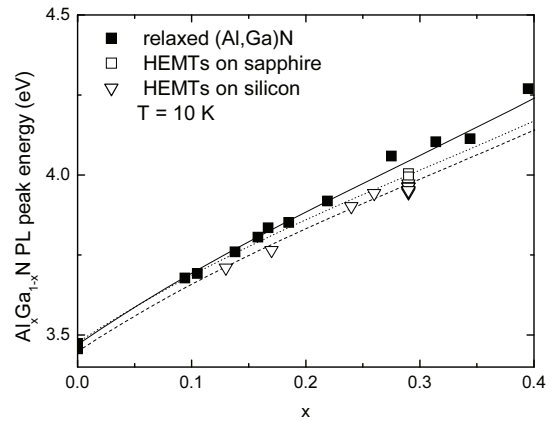


Figure 3 PL peak energies of relaxed (Al,Ga)N layers (full squares and solid line), and of the barriers of HEMTs grown on sapphire (open squares and dotted line) or silicon (open triangles and dashed line).

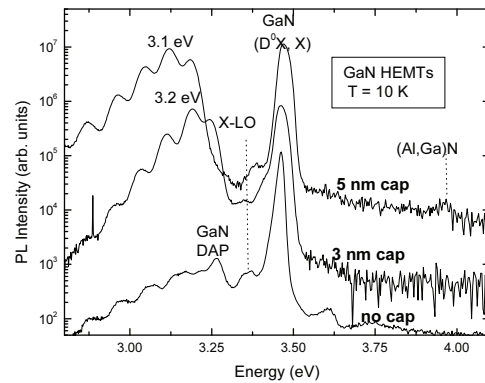


Figure 4 Low temperature PL spectra of HEMT structures ($x = 0.28$) with 5 nm- or 3 nm-thick GaN caps, or without any cap, under 20 mW excitation at 244 nm.

The rest of this work will be devoted to the study of this band. Figure 4 displays the 10 K PL spectra (20 mW excitation at 244 nm) of 2 HEMTs structures, with cap thicknesses (d) of 5 or 3 nm, or without any GaN cap layer. It appears that the broad PL band near 3.1 eV blue-shifts when the cap thickness decreases, and is not observed when the HEMT structure has no cap layer. Figure 5 shows the injection power dependence of the peak energy of this

band, for a nearly two decade variation and for cap thicknesses of 2, 3 and 5 nm.

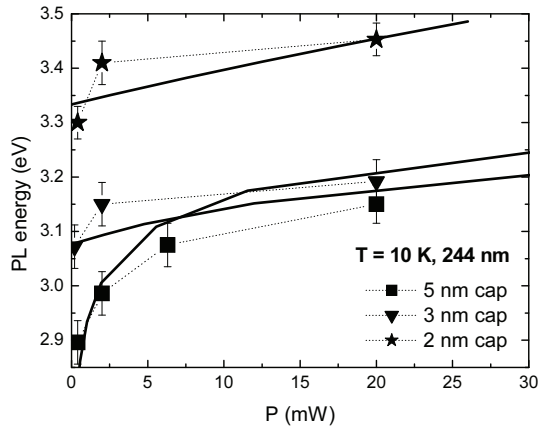


Figure 5 Injection intensity dependence of the peak energy of the cap luminescence band for 2, 3 and 5 nm wide caps. The thick solid lines are the calculated results.

We summarize below the experimental observations on this band:

- It blue-shifts with decreasing cap thickness (Fig. 4)
- It strongly blue-shifts with increasing UV injection (Fig. 2 and Fig. 5)
- It blue-shifts with the silicon-doping of the cap (not shown).
- For wide caps (i.e. $d = 3$ or 5 nm), its intensity varies superlinearly with injection, but linearly for thin caps (i.e. $d = 2$ nm)
- It disappears if the HEMT surface is passivated with Si_3N_4 (not shown)
- Its relative intensity and peak energy strongly decrease when switching from Ar (244 nm) excitation to HeCd (325 nm) excitation, i.e. when the excitation energy is lower than the barrier bandgap.

All these results show that we are dealing with the emission from Stark shifted surface quantum wells, constituted by the GaN cap surrounded by vacuum on one side and $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ on the other side, with the injection and doping dependence being due to the partial screening of the polarization-induced electric field by photo-generated carriers.

4 Discussion To go further, we shall try to estimate the unscreened electric field value in the cap. Figure 6 plots the peak energy of the cap PL band as a function of cap thickness, at the lowest injection level allowing its observation, i.e. with the minimum screening of the Stark field. We also plot the transition energies of surface wells calculated within the envelope function formalism. For computational easiness, the vacuum level is modeled as a thin AlN layer ($E_g = 6.2$ eV). The electric field F in the

calculations is either the one given by the spontaneous polarization of GaN ($P_{sp} = 0.034$ C/m² [12]), i.e. $F \approx 3800$ kV/cm, or by the polarization difference ΔP between GaN and $\text{Al}_{0.28}\text{Ga}_{0.72}\text{N}$, i.e. $F \approx 1600$ kV [13].

Figure 6 shows that the results for 2 and 3 nm thick caps are well accounted for by assuming an electric field of 3800 kV/cm, but not for the 5 nm cap (note that this field value is slightly dependent on the way we model the vacuum level).

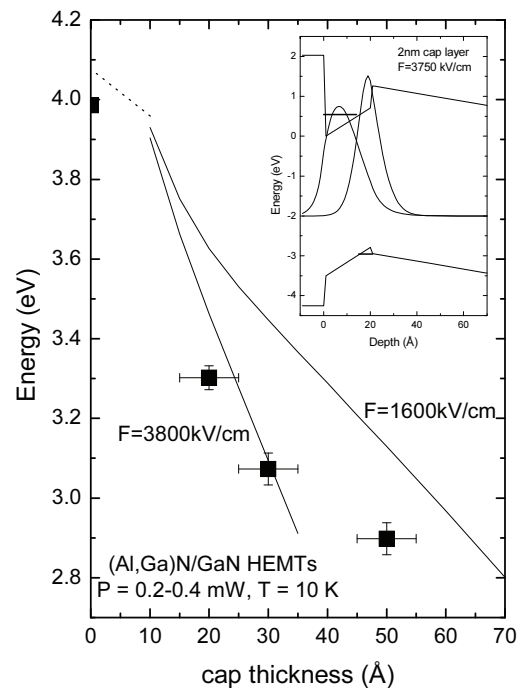


Figure 6 Peak energies under low injection of the cap luminescence band as function of cap thickness, and calculated energies assuming fields of 1600 or 3800 kV/cm. The inset shows the surface band alignment and the ground state electron and hole squared wavefunctions.

However, since the structure of the three samples shown in Fig. 6 is the same apart from cap thicknesses, we shall try to give a unique description of them. So we assume that the electric field under negligible screening is 3800 kV/cm in all samples, corresponding to a superficial polarisation charge P_{sp} of 0.034 C/m², i.e. 2.12×10^{13} cm⁻². We can then model the effect of optical injection on the transition energies and optical oscillator strengths f_{osc} (i.e. the squared electron-hole wavefunctions overlap integrals) by assuming that the surface charge changes to $P_{sp} - n$, where n is the injected electron-hole pairs density. Similarly, the electric field discontinuity at the GaN/(Al,Ga)N interface changes according to $\Delta P \rightarrow \Delta P - n$. The injected electron-hole pairs density is $n = G\tau$, where G is the generation rate and τ the lifetime. Using $1/\tau = 1/\tau_{NR} + 1/\tau_R$, τ_{NR} and τ_R being the non radiative and radiative lifetimes, and

writing $\tau_{NR} = \beta\tau_0$ and $\tau_R = \tau_0/f_{osc}$ allows to calculate PL energies and relative intensities ($I \propto n/\tau_R$) as a function of $G\tau_0$ and β . τ_0 corresponds to an hypothetical flat band quantum well radiative lifetime. The calculated injection dependent transition energies are plotted as solid lines in Fig. 6. A good overall agreement is obtained, though the thickness of the thinnest cap had to be increased to 2.3 nm, within the uncertainty bar, as could be guessed from Fig. 6. The calculated power dependences of the PL intensities show a linear dependence in the case of the 2 and 3 nm wide caps and a superlinear one for the 5 nm wide cap. Indeed, the radiative lifetime (τ_R) is short for narrow wells, but very long and strongly decreasing with increasing screening of the electric field in the case of wide wells. So our model gives also a qualitative agreement with the power dependence of PL intensities. It is however to be pointed that such simple non self-consistent calculations do not allow to give a good fit of both energies and emission intensities as a function of power.

The abscissa of Fig. 5 is in watts. To make the link with injected electron hole pairs density requires to know τ_0 and β . Using a refractive index value of 2.5 [14] and an absorption coefficient of 2 to $5 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$ [15] for GaN and (Al,Ga)N at 244 nm gives estimates of G . The curves in Figure 6 are generated using $\tau_0 = 0.5\text{--}1 \text{ ns}$, a very realistic value, and $\tau_{NR} = 5\text{--}10 \text{ }\mu\text{s}$ in the case of 3 and 5 nm wide caps, and $\tau_0 = 4\text{--}10 \text{ ns}$ and negligible non radiative recombination in the case of the 2 nm wide cap. This last value of τ_0 may appear a bit high but corresponds to the range estimated from the time-resolved PL study of AlN/GaN quantum dots [16]. In all cases, our modelling requires very long non radiative lifetimes which, expressed in terms of surface (S) and interface (S') recombination velocities, *i.e.* $\tau_{NR}^{-1} \geq (S+S')/d$, point to negligible surface recombination. We finally mention that the cap luminescence studied in this work is at lower energy than previous reports on (Al,Ga)N/GaN HEMTs cap emission [17, 18], and it is not clear whether this is simply due to differences in injection intensity.

5 Conclusions In this work dealing with an optical characterization of sophisticated (Al,Ga)N/GaN HEMT structures, particular emphasis has been given to the luminescence of the GaN cap layer and its injection dependence. We think that this kind of experiments may help clarifying the band structure alignment of such transistor structures.

References

- [1] A. Chini, R. Coffie, S. Heikman, S. Keller, and U. K. Mishra, *Electron. Lett.* **40**, 73 (2004).
- [2] Y.F. Wu, A. Saxler, M. Moore, R.P. Smith, S. Sheppard, P.M. Chavarkar, T. Wisleder, U.K. Mishra, and P. Parikh, *IEEE Electron Device Lett.* **25**, 117 (2004).
- [3] J.W. Johnson, E.L. Piner, A. Vescan, R. Therrien, P. Rajagopal, J.C. Roberts, J.D. Brown, S. Singhal, and K.J. Linthicum, *IEEE Electron Device Lett.* **25**, 459 (2004).
- [4] D. Ducatteau, A. Minko, V. Hoel, E. Morvan, E. Delos, B. Grimbert, H. Lahreche, P. Bove, C. Gaquiere, J.C. De Jaeger, and S. Delage, *IEEE Electron Device Lett.* **27**, 7 (2006).
- [5] A. Minko, V. Hoel, S. Lepilliet, G. Dambrine, J.C. De Jaeger, Y. Cordier, F. Semond, F. Natali, and J. Massies, *IEEE Electron Device Lett.* **25**, 167 (2004).
- [6] R. Behtash, M. Neuburger, A. Schurr, H. Leier, Y. Cordier, F. Semond, F. Natali, J. Massies, *Electron. Lett.* **39**, 626 (2003).
- [7] S. Heikman, S. Keller, Y. Wu, J.S. Speck, S.P. DenBaars, and U.K. Mishra, *J. Appl. Phys.* **93**, 10114 (2003).
- [8] Y. Cordier, M. Hugues, F. Semond, F. Natali, Z. Bougrioua, J. Massies, E. Frayssinet, B. Beaumont, P. Gibart, J.-P. Faurie, *J. Physique IV* **132**, 365 (2006).
- [9] Z. Bougrioua, L. Nistor, B. Van Daele, E. Monroy, T. Palacios, F. Calle, and M. Leroux, *Phys. Status Solidi A* **195**, 93 (2003).
- [10] M. Leroux, F. Natali, S. Helin, C. Touzi, S. Laügt, M. Passerel, F. Omnes, F. Semond, J. Massies, and P. Gibart, *Phys. Status Solidi B* **234**, 887 (2002).
- [11] M. Leroux, F. Semond, M. Laügt, E. Feltin, N. Schnell, B. Beaumont, P. Gibart, and J. Massies, *Mater. Sci. Forum* **353–356**, 795 (2001).
- [12] O. Ambacher, C. Miskys, A. Link, M. Hermann, M. Eickhoff, M. Stutzmann, F. Bernardini, V. Fiorentini, V. Tilak, B. Schaff, and L.F. Eastman, *J. Phys.: Condens. Matter* **14**, 3399 (2002).
- [13] F. Natali, D. Byrne, M. Leroux, B. Damilano, F. Semond, A.L. Louarn, S. Vezian, N. Grandjean, and J. Massies, *Phys. Rev. B* **71**, 075311 (2005).
- [14] J. Wagner, H. Obloh, M. Kunzer, M. Maier, K. Kohler, and B. Johs, *J. Appl. Phys.* **89**, 2779 (2001).
- [15] P. Trautman, A. Istrok, and J. M. Baranowski, *Phys. Status Solidi C* **2**, 1027 (2005).
- [16] T. Bretagnon, P. Lefebvre, P. Valvin, R. Bardoux, T. Guillet, T. Taliercio, B. Gil, N. Grandjean, F. Semond, B. Damilano, A. Dussaigne, and J. Massies, *Phys. Rev. B* **73**, 113304 (2006).
- [17] J.F. Muth, X. Zhang, A. Cai, D. Fothergill, J.C. Roberts, P. Rajagopal, J.J. W. Cook, E.L. Piner, and K.J. Linthicum, *Appl. Phys. Lett.* **87**, 192117 (2005).
- [18] M. Motyka, M. Syperek, R. Kudrawiec, J. Misiewicz, M. Rudzinski, P.R. Hageman, and P.K. Larsen, *Appl. Phys. Lett.* **89**, 231912 (2006).

Liste des publications

Amplified piezoelectric transduction of nanoscale motion in gallium nitride electromechanical resonators

M. Faucher, B. Grimbert, Y. Cordier, **N. Baron**, A. Wilk, H. Lahreche, P. Bove, M. François, P. Tilmant, T. Gehin, C. Legrand, M. Werquin, L. Buchaillet, C. Gaquière, and D. Théron, Appl. Phys. Lett. 94, 233506 (2009)

The critical role of growth temperature on the structural and electrical properties of AlGa_N/Ga_N high electron mobility transistor hetero-structures grown on Si(111)

N. Baron, Y. Cordier, S. Chenot, P. Vennéguès, O. Tottereau, M. Leroux, F. Semond, and J. Massies, J. Appl. Phys. 105, 033701 (2009)

Luminescence and reflectivity characterization of AlGa_N/Ga_N high electron mobility transistor

N. Baron, M. Leroux, N. Zeggaoui, P. Corfdir, F. Semond, Z. Bougrioua, M. Azize, Y. Cordier, and J. Massies, Phys. Stat. Sol. (c) 6, 715 (2009)

Strain engineering in Ga_N layers grown on silicon by molecular beam epitaxy: The critical role of growth temperature

Y. Cordier, **N. Baron**, S. Chenot, P. Vennéguès, O. Tottereau, M. Leroux, F. Semond, and J. Massies, J. Crystal Growth 311, 2002 (2009)

Windowed growth of AlGa_N/Ga_N heterostructures on Silicon (111) substrates for future MOS integration

P. Chyurlia, F. Semond, T. Lester, J. A. Bardwell, S. Rolfe, Y. Cordier, **N. Baron**, J.-C. Moreno, and N. G. Tarr, Phys. Stat. Sol (a) 206, 371 (2009)

Evaluation of Si₃N₄ films for AlGa_N/Ga_N MIS-HEMTs on Si(111)

Y. Cordier, A. Lecotonnec, S. Chenot, **N. Baron**, F. Nacer, A. Goulet, H. Lhermite, M. El Kazzi, P. Regreny, G. Hollinger, M. P. Besland, Phys. Stat. Sol (a) 6, 1016 (2009)

AlGa_N/Ga_N high electron mobility transistor grown by molecular beam epitaxy on Si(110): comparisons with Si(111) and Si(001)

Y. Cordier, J.-C. Moreno, **N. Baron**, E. Frayssinet, S. Chenot, B. Damilano and F. Semond, Phys. Stat. Sol (c) 6, 1020 (2009)

Demonstration of AlGa_N/Ga_N High-Electron-Mobility Transistor Grown by Molecular Beam Epitaxy on Si(110)

Y. Cordier, J.-C. Moreno, **N. Baron**, E. Frayssinet, S. Chenot, B. Damilano, and F. Semond, IEEE Electron Dev. Lett. 29, 1187 (2008)

Investigation of AlGa_N/Al_N/Ga_N heterostructures for magnetic sensor application from liquid helium temperature to 300°C

L. Bouguen, S. Contreras, B. Jouault, L. Konczewicz, J. Camassel, Y. Cordier, M. Azize, S. Chenot, and **N. Baron**, Appl. Phys. Lett. 92, 043504 (2008)

High temperature behaviour of GaN HEMT devices on Si(111) and sapphire substrate,

R. Cuervo, F. Calle, A.F. Brana, Y. Cordier, M. Azize, **N. Baron**, S. Chenot, and E. Munoz, Phys. Stat. Sol (c) 5, 1971 (2008)

Subsurface Fe-doped semi-insulating GaN templates for inhibition of regrowth interface pollution in AlGaIn/GaN HEMT structures

Y. Cordier, M. Azize, **N. Baron**, Z. Bougrioua, S. Chenot, O. Tottereau, J. Massies, and P. Gibart, J. Crystal Growth 310, 948 (2008)

AlGaIn/GaN HEMTs regrown by MBE on epi-ready semi-insulating GaN-on-Sapphire with inhibited interface contamination

Y. Cordier, M. Azize, **N. Baron**, S. Chenot, O. Tottereau, and J. Massies, J. Crystal Growth 309, 1 (2007)

In situ measurements of wafer bending curvature during growth of group-III-nitride layers on silicon by molecular beam epitaxy

Y. Cordier, **N. Baron**, F. Semond, J. Massies, M. Binetti, B. Henninger, M. Besendahl, and T. Zettler, J. Crystal Growth 301-302, 71 (2007)

Optimisation de l'épitaxie sous jets moléculaires d'hétérostructures à base de GaN : application aux transistors à haute mobilité d'électrons sur substrat silicium

Des avancées significatives dans la synthèse des matériaux semiconducteurs à large bande interdite de la famille de GaN permettent aujourd'hui la réalisation de dispositifs optoélectroniques (diodes, lasers) mais aussi celle de dispositifs électroniques (transistor). L'absence de substrat natif GaN ou AlN a pour conséquence le recours à l'hétéroépitaxie sur des substrats de nature différente comme le silicium qui présente un grand intérêt de par son prix très compétitif, la taille des substrats disponibles et sa conductivité thermique. L'orientation (111) du silicium est préférée en raison d'une symétrie de surface hexagonale, compatible avec la phase wurtzite du GaN. Néanmoins, les différences de paramètres de maille et de coefficients d'expansion thermique génèrent des défauts cristallins et des contraintes dans les matériaux élaborés qui peuvent, s'ils ne sont pas maîtrisés, dégrader les performances des dispositifs. Ce travail de thèse a porté sur la croissance par épitaxie par jets moléculaires (EJM) d'hétérostructures à base de GaN sur substrat Si(111) en vue de la réalisation de transistors à haute mobilité d'électrons (Al,Ga)N/GaN. Ce travail avait pour objectif l'identification des paramètres de croissance susceptibles d'avoir un impact notable sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT (High Electron Mobility Transistor), et notamment sur l'isolation électrique des couches tampon et le transport des électrons dans le canal. Nous montrerons l'impact notable de certains paramètres de la croissance sur la qualité structurale et électrique de la structure HEMT. Nous verrons comment la relaxation des contraintes est liée au dessin d'empilement des couches, à leurs conditions d'élaboration et à la densité de défauts.

Mots clés : GaN, HEMT, transistor, III-N, silicium, épitaxie, contraintes, déformations, dislocations

Optimization of the growth by ammonia source molecular beam epitaxy of (Al,Ga)N/GaN high electron mobility transistors on (111) oriented silicon substrate

Significant advances in the synthesis of wide band gap GaN-based semiconductors now allow the realization of optoelectronic devices (LEDs, lasers) but also electronic devices (transistors). Because of the lack of GaN or AlN native substrate, GaN-based devices are usually grown on silicon carbide (SiC), sapphire (Al₂O₃), or silicon substrates (Si). Silicon substrate presents a thermal conductivity close to the one of GaN and advantages in terms of availability, size and cost. The (111) orientation with a 6-fold symmetry is preferred for the GaN-based heterostructures on silicon substrate. The development of GaN-based devices on silicon mostly relies on the control of material quality, especially the management of the dislocation density and of the stress due to the thermal expansion coefficient mismatch between GaN and silicon. This work is dedicated to the study of the growth by ammonia source molecular beam epitaxy of Al_xGa_{1-x}N/GaN high electron mobility transistors (HEMT) on (111) oriented silicon substrates. The aim of this work was to identify critical growth parameters likely to affect the structural and electrical properties of the HEMT heterostructures, in particular the resistivity of buffer layers and the two-dimensional electron gas transport properties at the Al_xGa_{1-x}N/GaN interface. We show how the stress relaxation is correlated with the design of the epitaxial layers stack, their growth conditions and the density of the threading dislocations.

Keywords : GaN, HEMT, transistor, III-N, silicon, epitaxy, stress, strain, dislocations