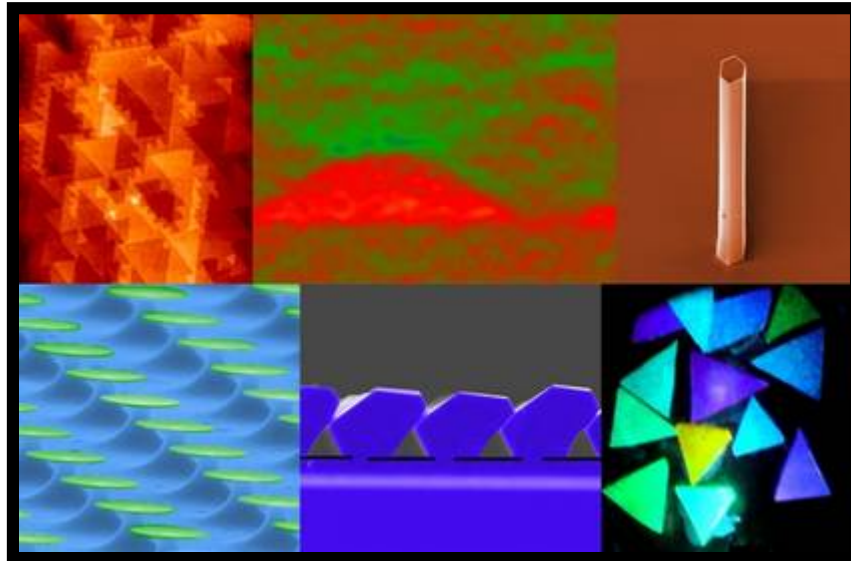


Application de la CL à l'étude des micro et nanostructures de semiconducteurs à large bande interdite



P. M. Coulon, M. Teisseire, M. Mexis, P. Vennéguès, M. Leroux, J. Zuniga-Pérez



*Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications - CNRS,
rue Bernard Grégory,
06560 Valbonne, Sophia-Antipolis, France*

Présentation

- Croissance par épitaxie de matériaux : couches épaisses, minces, hétéro-structures quantiques (puits, fils et boîtes)
- Matériaux semi-conducteurs à large bande interdite : les nitrures (GaN, InN, AlN et leurs alliages), l'oxyde de zinc (ZnO) et le carbure de silicium (SiC), Graphène
- Ces matériaux sont utilisés afin d'étudier leurs propriétés fondamentales et de réaliser des composants.
- Différentes analyses : structurales, optiques et électriques



White LEDs
(with yellow phosphors)



UV, blue and green LEDs

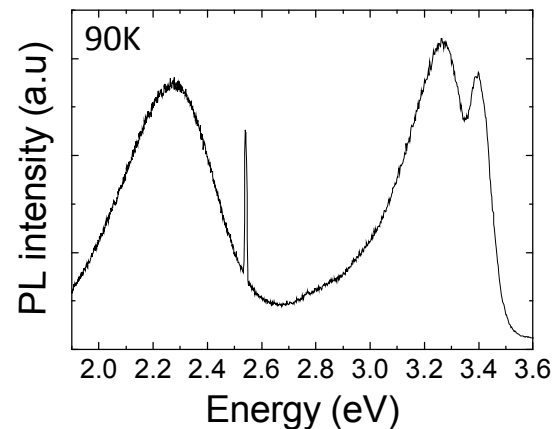


Violet/blue laser diodes (LDs)

- Cathodoluminescence :
 - Principe
 - Cl setup
 - L'imagerie CL
- Application de la CL à l'étude des micro et nanostructures de semiconducteurs à large bande interdite dans le cas de :
 - Microfils de GaN épitaxiés par MOVPE
 - Films de GaN coalescé à partir de nanofils (projet européen SMASH)
 - Films semipolaire de GaN épitaxié sur saphir patterné

Principe

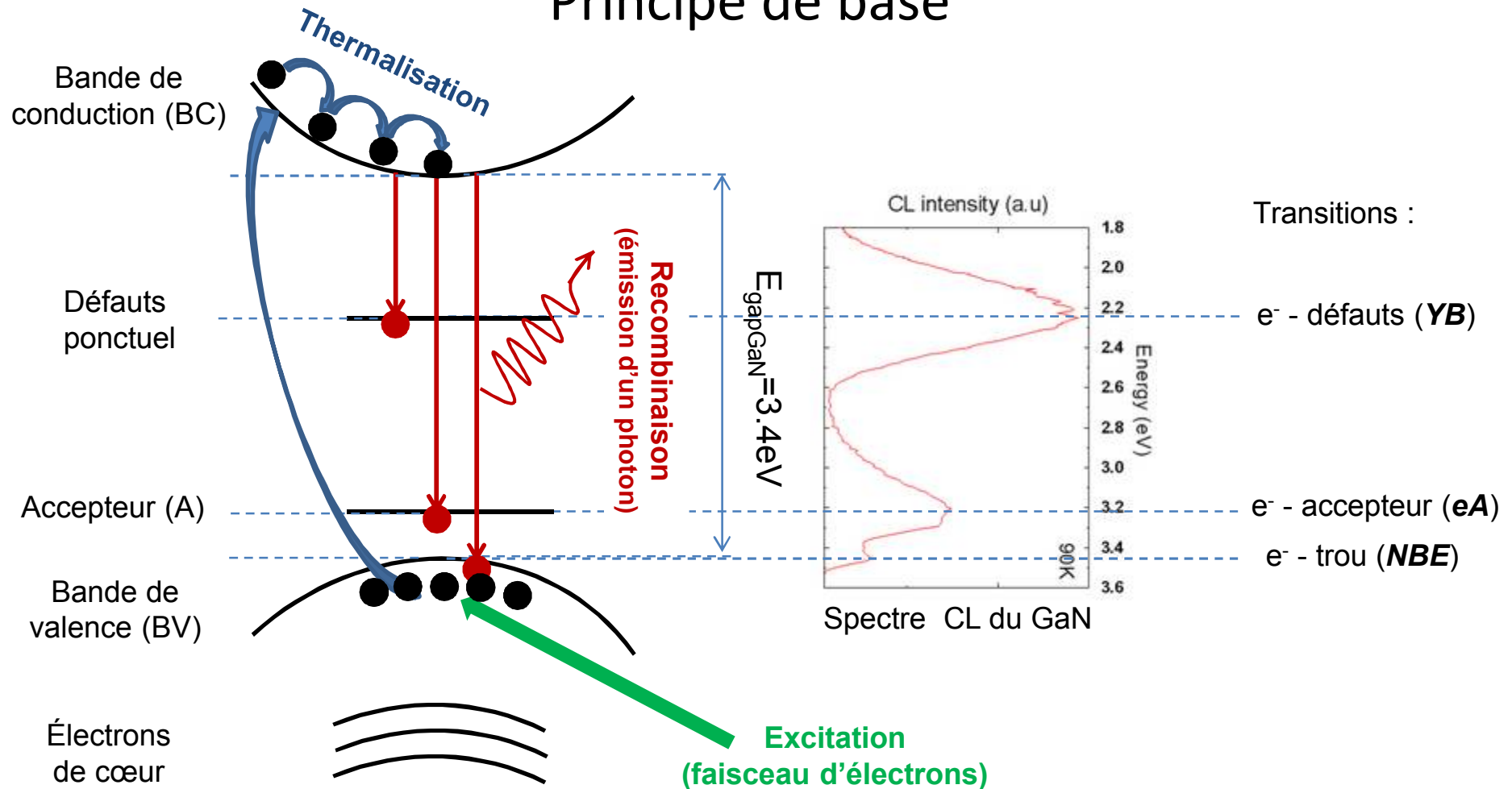
- **Luminescence** : lumière émise par un matériau. Différents matériaux montrent cette luminescence : les phosphores, les **semi-conducteurs**, les céramiques, les minéraux, les pierres précieuses, les composés organiques.



→ Exemple de Luminescence de GaN

- Techniques « conventionnelles » : Photoluminescence (PL) et Electroluminescence (EL)
 - (PL) : Excitation optique (laser) → $E_{\text{incident}} > E_{\text{gap}}$. ($\lambda_{\text{PL}} = 244\text{nm} \rightarrow E_{\text{PL}} = 5,08\text{eV}$)
 - (EL) : On polarise une diode
- Technique « originale » : **Cathodoluminescence (CL)** : avec un faisceau d'électrons.
 - Résolution spatiale plus grande
 - Pas de limite en énergie → $E_{\text{incident}} \geq 3E_{\text{gap}}$. ($1\text{keV} < E_{\text{CL}} < 30\text{keV}$)

Principe de base

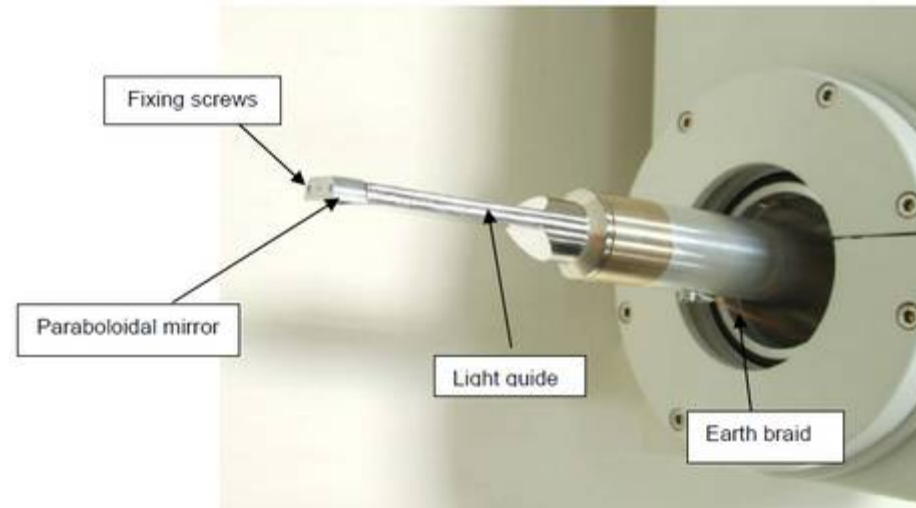


- $\tau_{\text{thermalisation}} \approx 10^{-13} \text{ s}$ et $\tau_{\text{recombinaison}} \approx 10^{-9} \text{ s}$
- On favorise l'émission CL (recombinaisons) à basse température

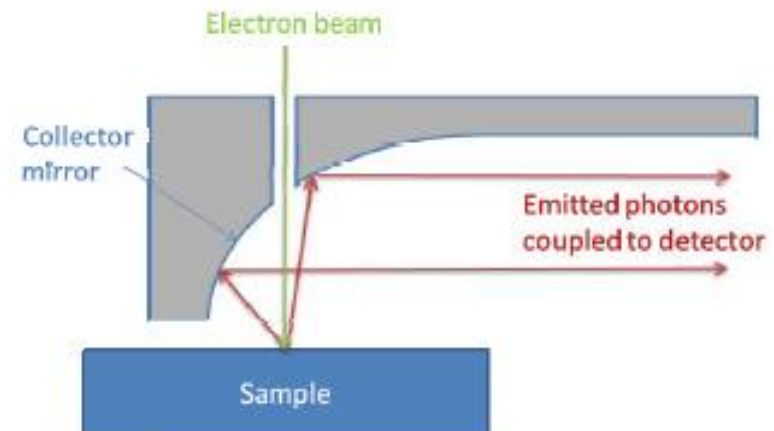
CL setup



MEB JEOL JSM-7000F



Système de collection de la lumière



Représentation schématique

Les différents types d'images CL

- **Panchromatique** : tous les photons sont dirigés vers le détecteur, l'image formée correspond à une carte de tous les photons détectés.
- **Select band pass** : image panchromatique dans laquelle une bande est sélectionnée avec un filtre optique
- **Monochromatique** : le monochromateur est utilisé pour sélectionner une seule longueur d'onde .

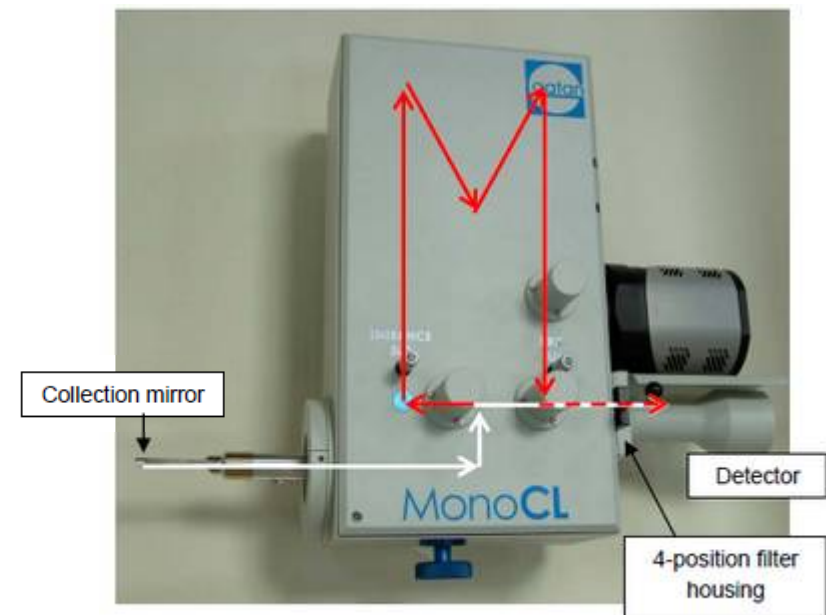
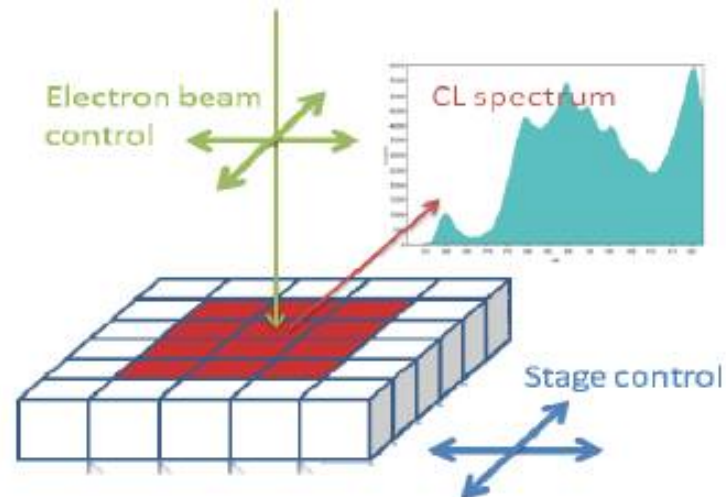


Schéma du trajet optique dans le cas d'une image Panchromatique (blanc) et Monochromatique (rouge)

Spectrum imaging

- Un spectre est acquis en chaque position (utilisation de la CCD)



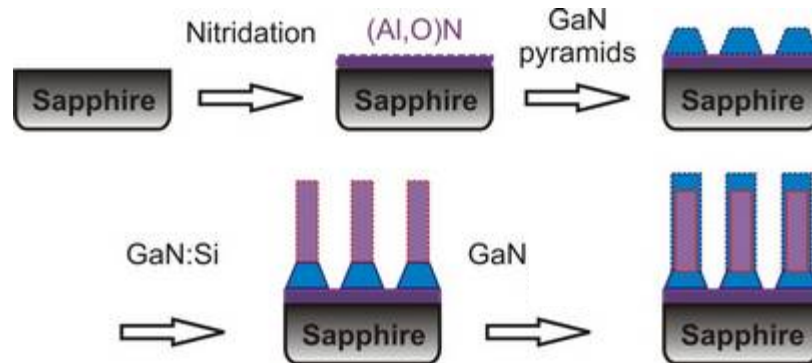
- La combinaison d'informations spatiales et spectrales nous permet d'avoir une grande possibilité d'analyse de données
- La résolution spatiale ne dépend pas que de la taille du faisceau d'électrons mais également du volume d'interaction **et de la longueur de diffusion des porteurs**

- Cathodoluminescence :
 - Principe
 - Cl setup
 - L'imagerie CL

- **Application de la CL à l'étude des micro et nanostructures de semiconducteurs à large bande interdite:**
 - **Microfils de GaN épitaxiés par MOVPE**
 - **Nanofils de GaN coalescés**
 - **Film semi-polaire de GaN**

Microfils de GaN (Travaux de thèse)

➔ Structure libre de défauts et de contraintes



Représentation schématique des étapes de croissance

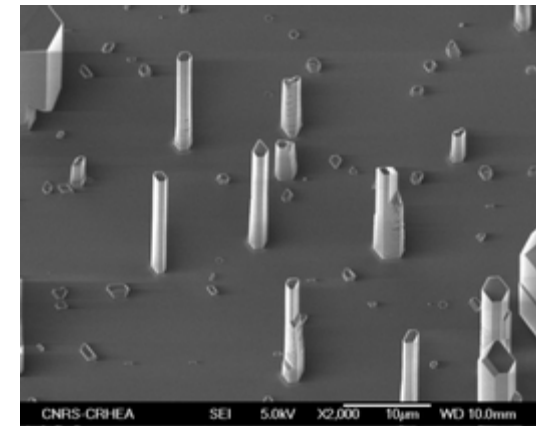


Image MEB d'un ensemble de fils

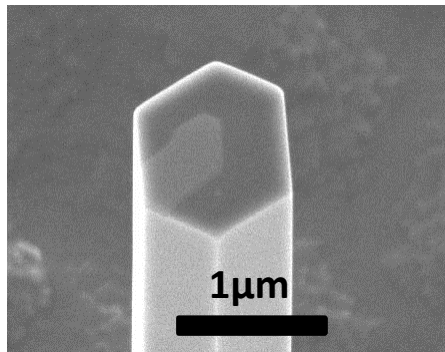


Image MEB d'un fil avant attaque KOH

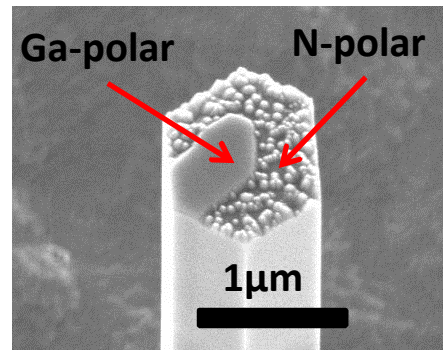
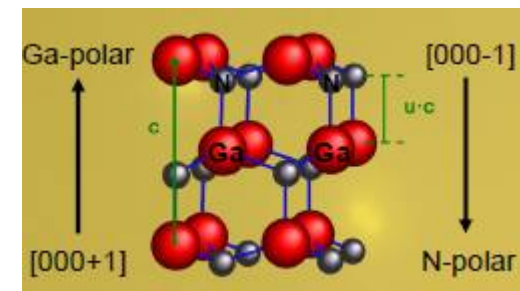


Image MEB d'un fil après attaque KOH



Objectif : étudier les propriétés optiques des deux domaines de polarité et des parties dopées et non dopées Si.

Qualité optique des Microfils de GaN

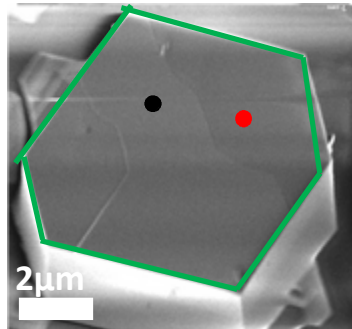


Image MEB de la facette supérieure d'un fil

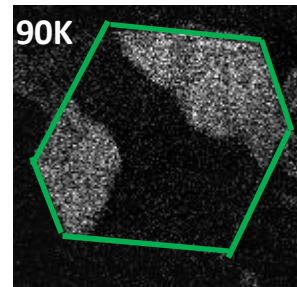


Image Monochromatique prise à 3.23eV

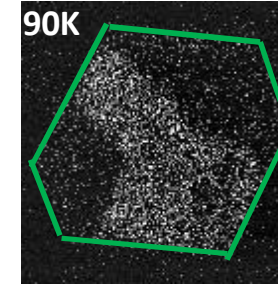
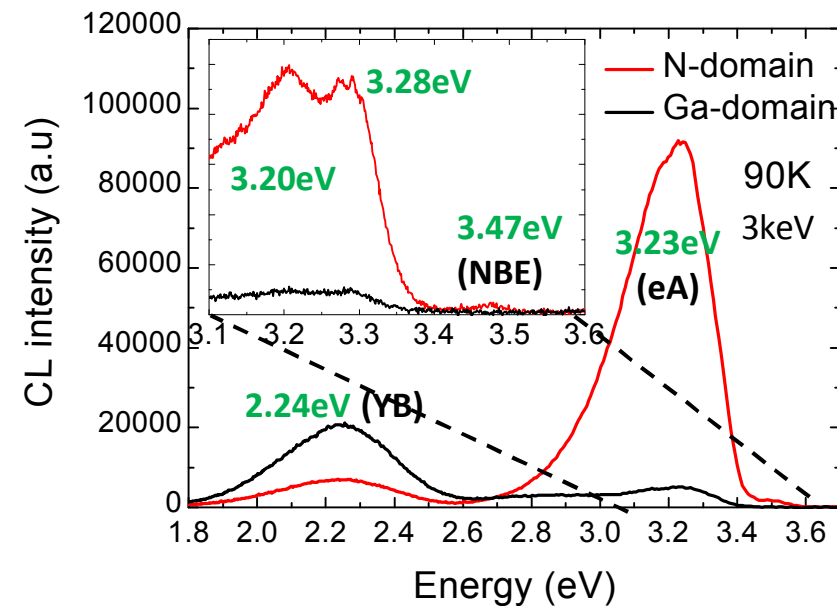
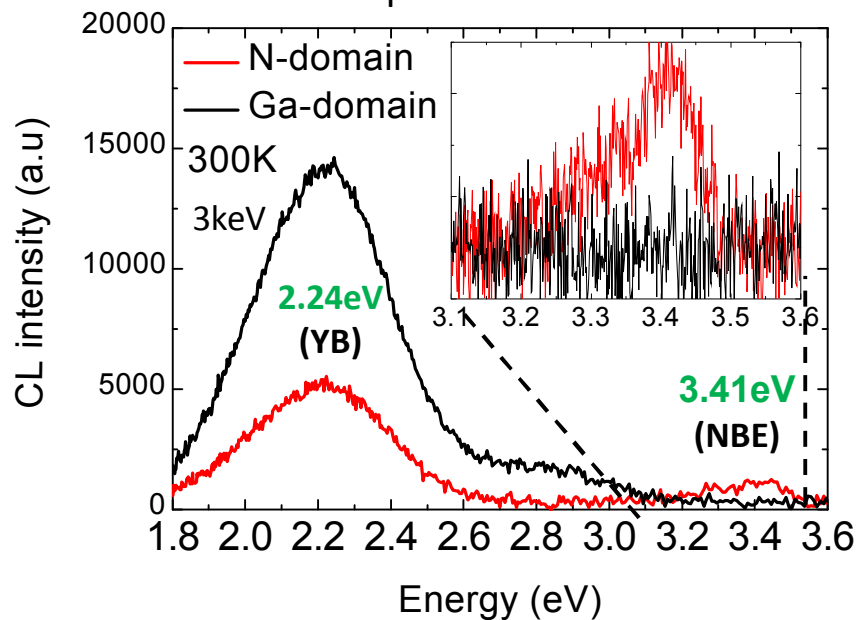


Image Monochromatique prise à 2.24eV



➔ Plus grande incorporation d'impuretés (accepteur silicium) dans le domaine N

Qualité optique de Microfils de GaN

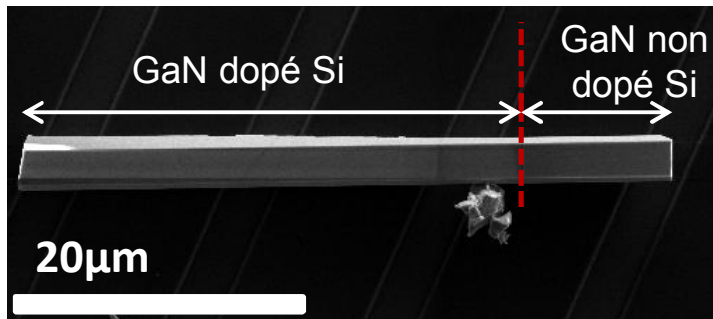


Image MEB d'un fil GaN déposé sur un substrat Si

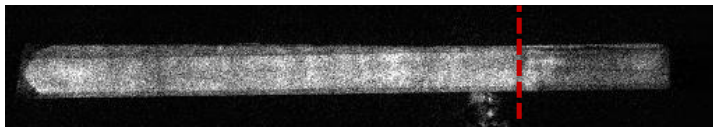


Image Monochromatique prise à 3.40eV (NBE) et 300K

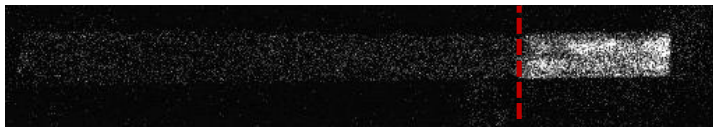
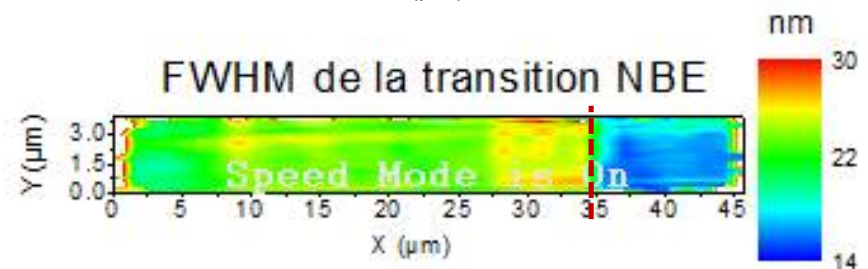
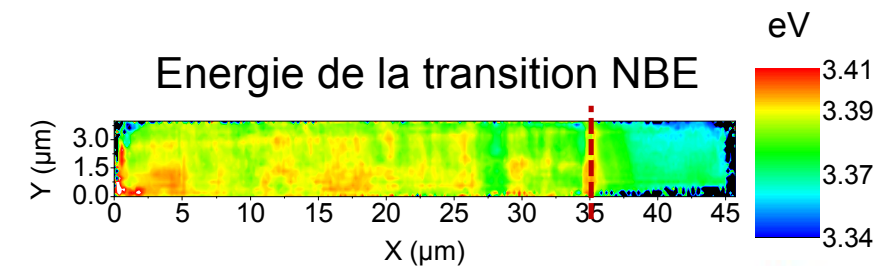
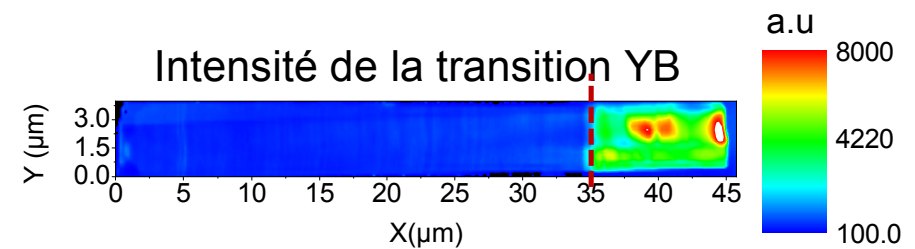
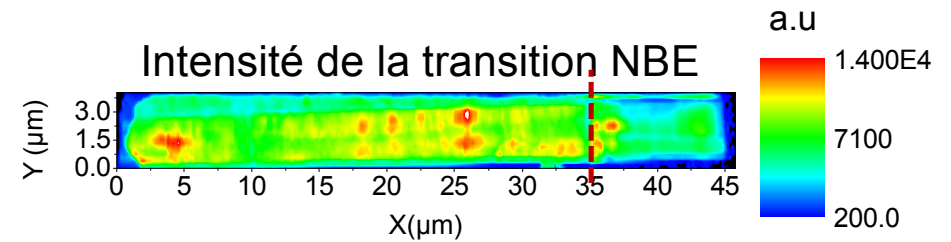


Image Monochromatique prise à 2.24eV (YB) et 300K

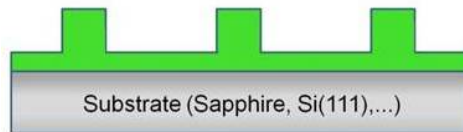
- ➔
- Défauts ponctuels contenus dans la partie non dopée
 - Variation du dopage
 - Incorporation d'impuretés



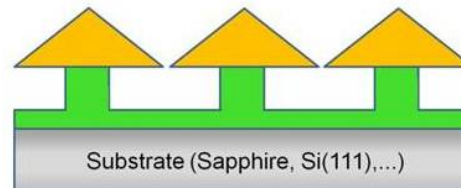
Applications aux nanostructures grand gap.

Film de GaN coalescé à partir de nanofils (projet européen SMASH)

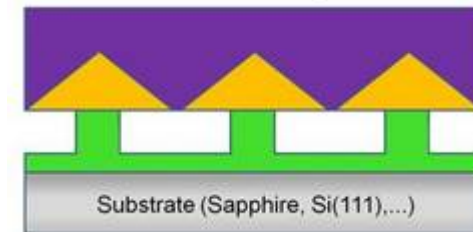
➔ Diminuer la densité de défauts et réaliser des LEDs à fortes efficacités



Nanofils de GaN après gravure



Croissances des pyramides au sommet des fils



Coalescence des pyramides et croissance de la couche

Objectif : Etudier l'évolution de la contrainte du pied des fils jusqu'au sommet de la couche en passant par les pyramides

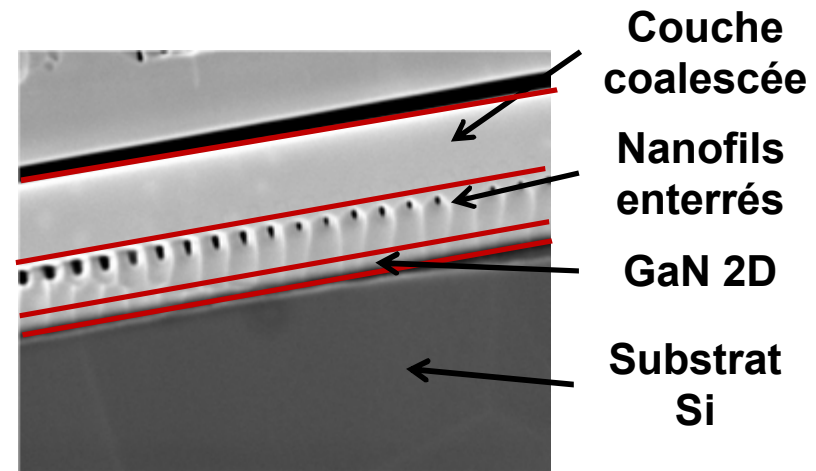
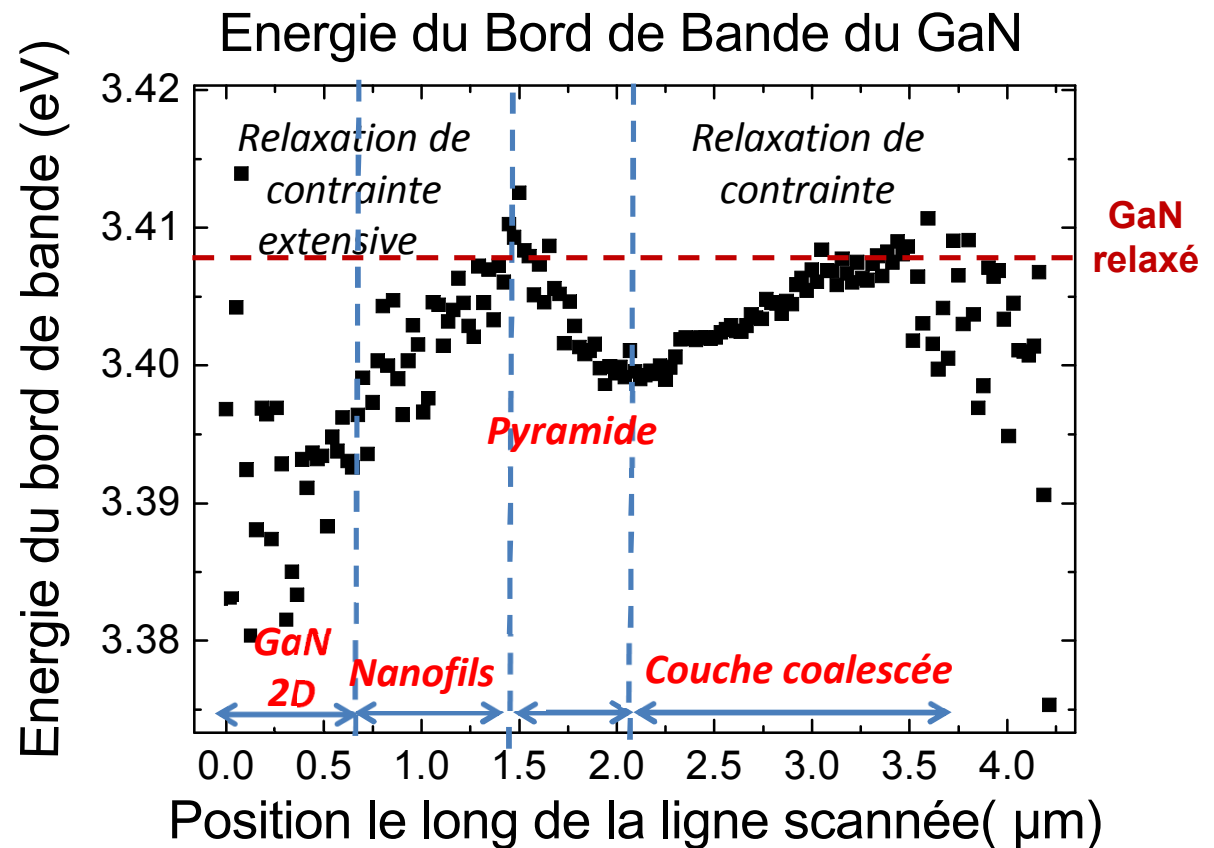
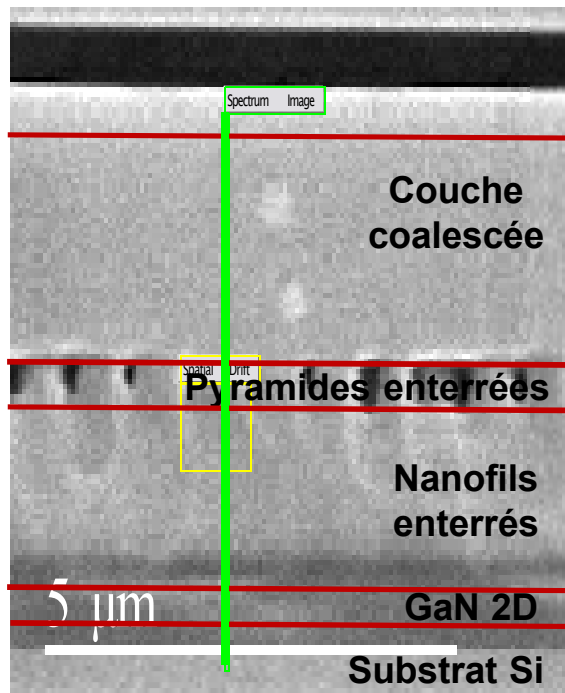


Image MEB de la couche épitaxiée vue par la tranche

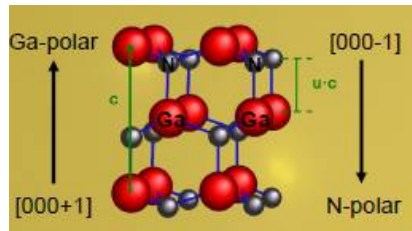
Répartition de la contrainte



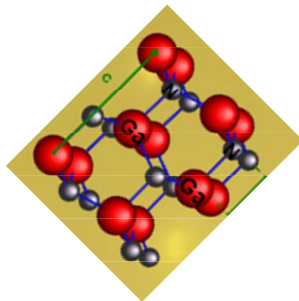
➔ On a une mesure quantitative de la contrainte et on observe que les différentes étapes de croissance induisent des variations de contrainte

Film semipolaire de GaN épitaxié sur saphir patterné

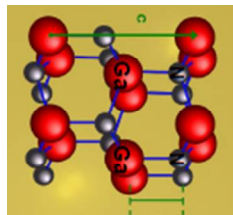
➔ Réduire le nombre de défauts et augmenter la qualité optique



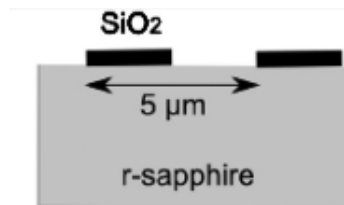
Croissance polaire



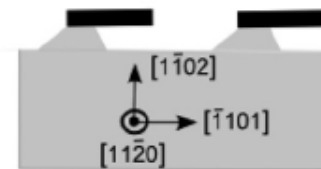
Croissance semipolaire



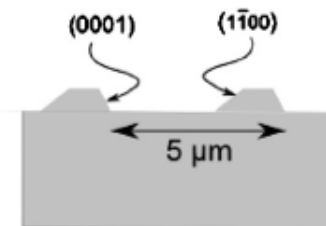
Croissance non polaire



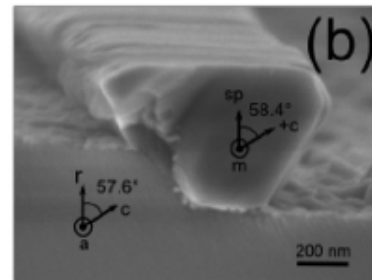
SiO₂ mask deposition



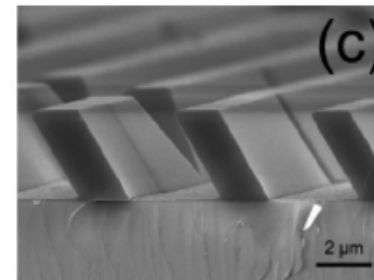
wet etching



SiO₂ removal



Croissance suivant la direction +c (0001)



Croissance latérale suivant la direction a (11-20)

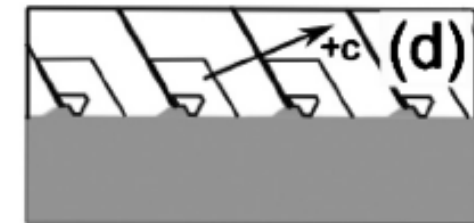


Schéma des différentes étapes jusqu'à la coalescence

Objectif : étudier le type et la propagation de défauts lors d'une croissance semipolaire.

Analyse des défauts sur une couche semipolaire de GaN

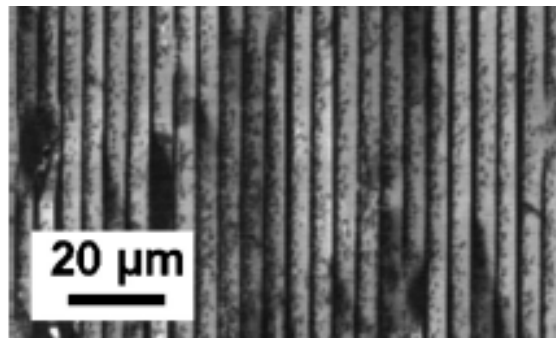
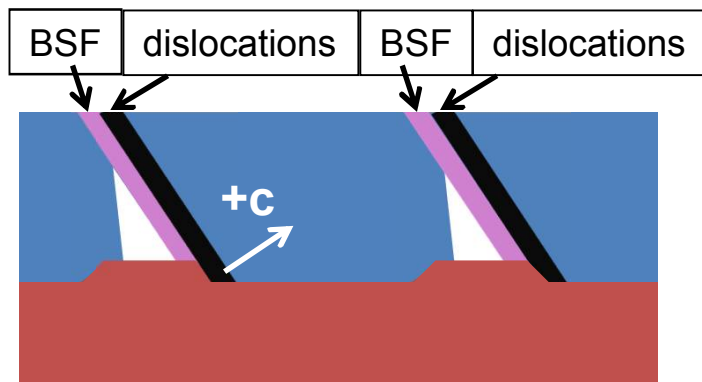


Image panchromatique à 80K
de la surface coalescée



- Microstructure formée de deux régions :
- ➔ - Faible densité de défauts (région +c)
 - Densité de défauts élevée (région -c)

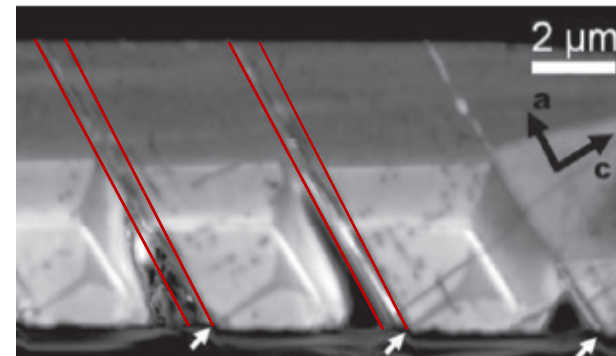


Image panchromatique à 80K

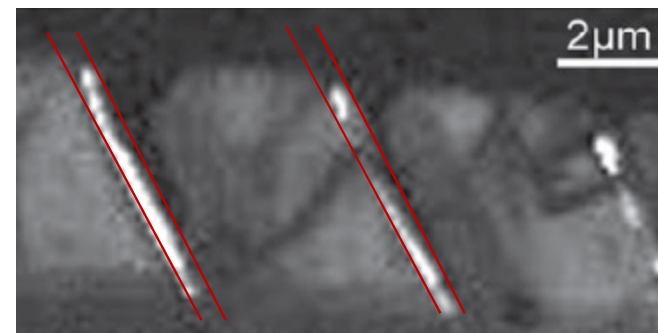
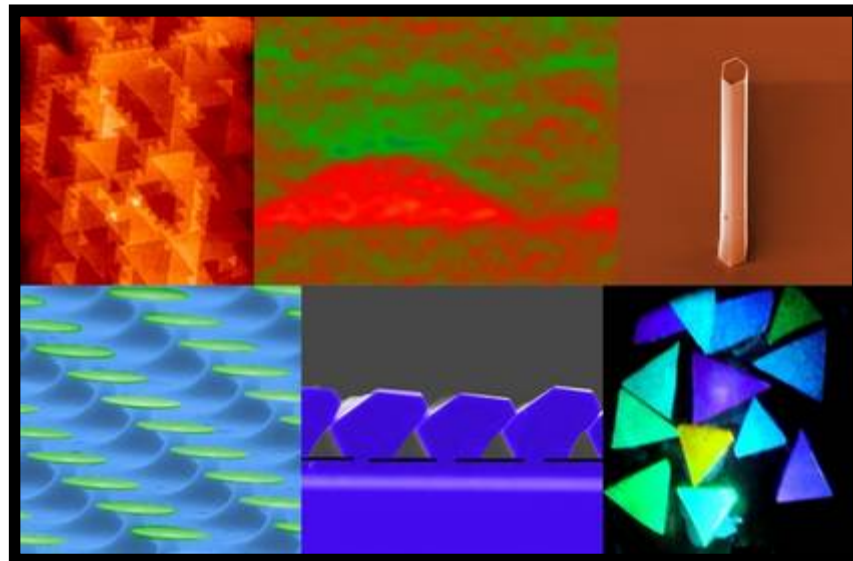


Image monochromatique prise à 3.41eV et à 80K. Le pic d'énergie à 3.41 est représentatif de la présence de fautes d'empilements basals

- Technique adaptée à l'étude de semi-conducteurs mais s'applique aussi à un grand nombre de matériaux (minéraux, roches, ...)
- Technique de caractérisation optique avec un très bonne résolution spatiale.
- Technique de caractérisation optique qui n'a pas de limitation d'énergie.
- La combinaison d'informations spatiales et spectrales permet d'avoir une grande possibilité d'analyse de données :
 - Etude de la qualité optique d'un semi-conducteur
 - Etude de la répartition de la contrainte
 - Etude de l'incorporation d'impuretés
 - Etude de la répartition des défauts structuraux

Merci pour votre attention



Résolution spatiale

- La résolution spatiale ne dépend pas que de la taille du faisceau d'électrons mais également du volume d'interaction ***et de la longueur de diffusion des porteurs***

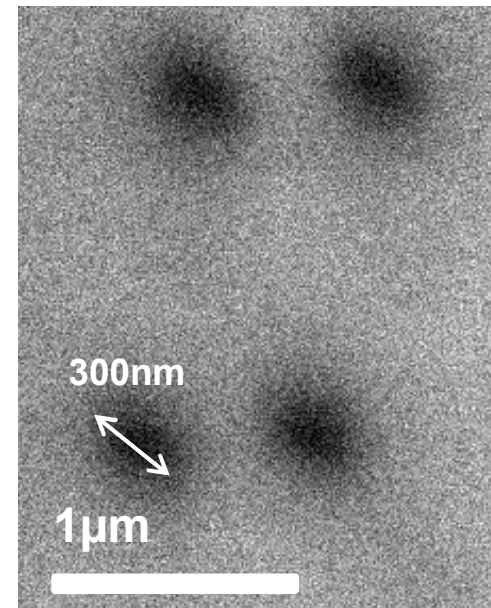
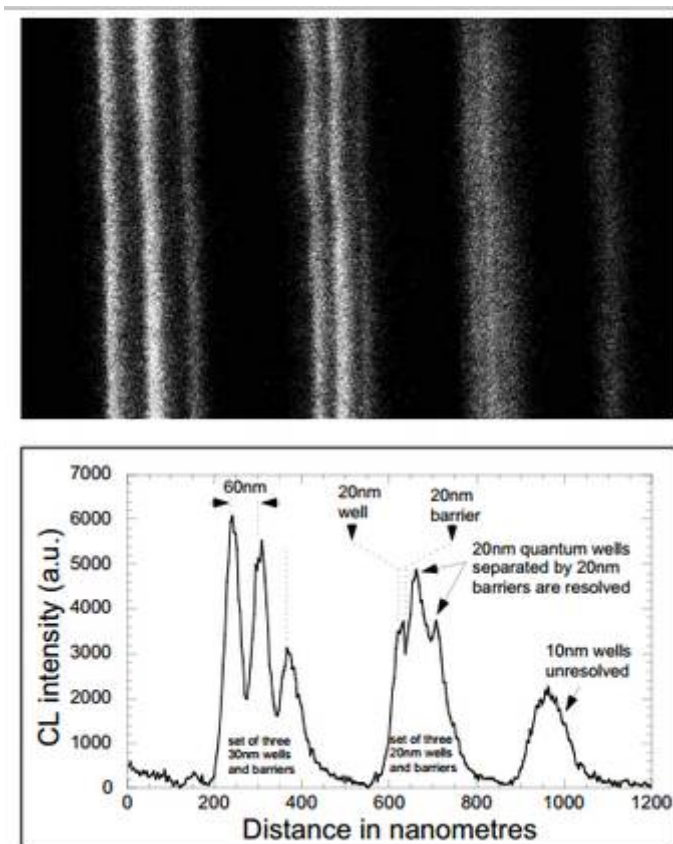
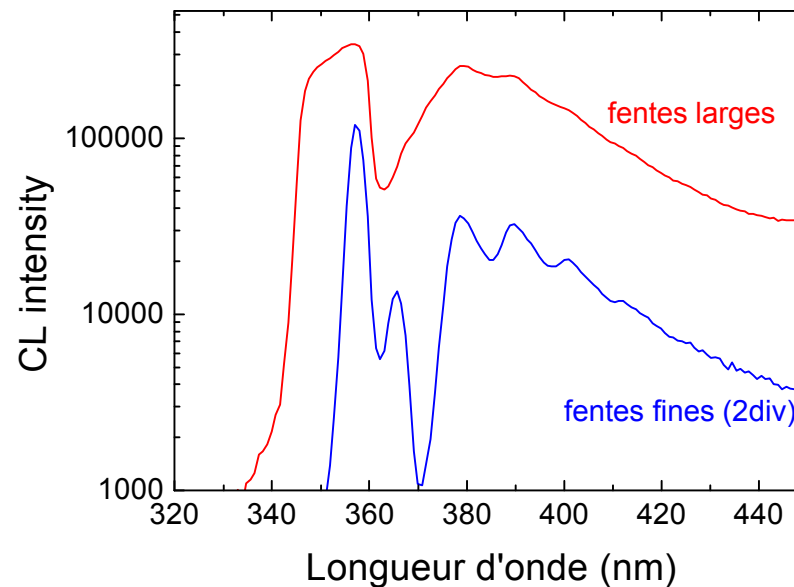


Image CL de dislocations traversantes émergeant à la surface d'une couche de GaN

Résolution spectrale

- L'acquisition de spectre est la convolution du vrai spectre et du profil de ligne de l'instrument.
 - Ce profil de ligne dépend : de la largeur de fente d'entrée, de la largeur de fente de sortie, des phénomènes de diffraction, des aberrations et de la qualité du système et de l'alignement.
- La résolution spectrale dépend du profil de ligne



Augmentation de la résolution spectrale avec la diminution de largeur de fente

Le détecteur et autres appareillages

- Photomultiplicateur à haute sensibilité (HSPMT)
 - Plus sensible sur une large plage de longueur d'onde
 - Améliore la réduction du bruit.



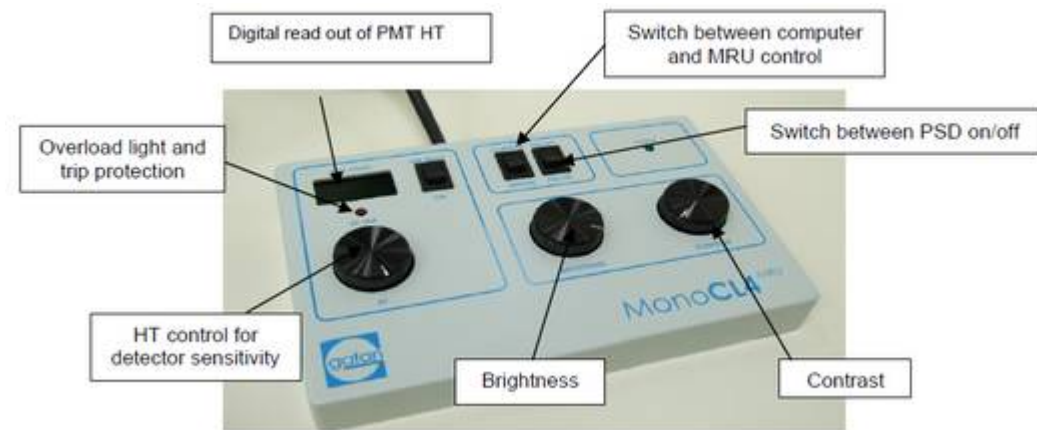
Photoamplificateur (PA4) : Apport de puissance, de tension, amplification du signal image, du comptage de photons



Unité Digiscan : Système de capture d'image et plateforme de traitement



Refroidissement pelletier pour le détecteur HSPMT

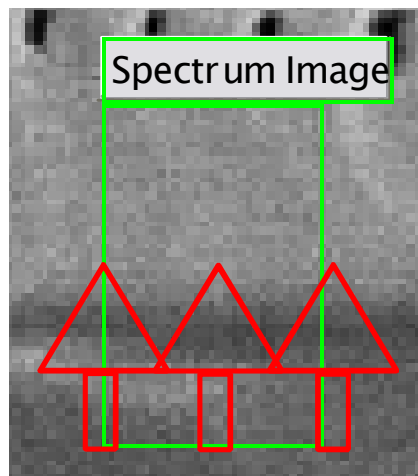
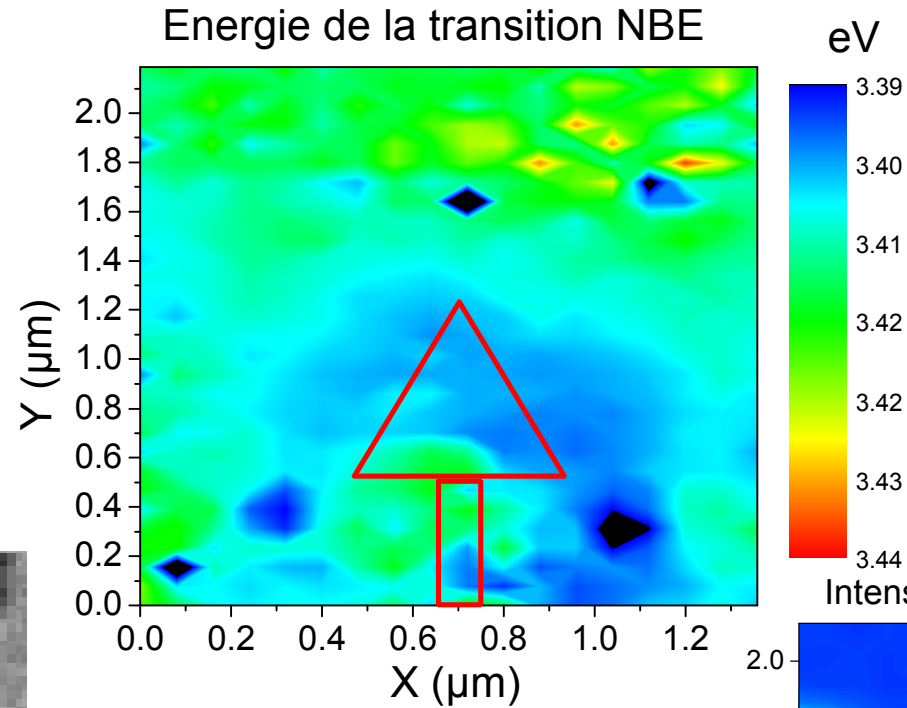
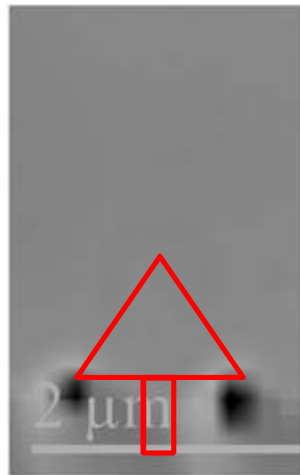


Unité de commande manuelle (MRU)
Contrôle le contraste, la luminosité et la tension appliquée au détecteur

The specifications of the monochromator are as follows:

Focal length	300 mm
Aperture	f/4.2
Gratings	Plane gratings. Choice of two with software recognition
Grating Size	69 x 69 mm
Wavelength range	~0.6 to 1.5 times the blaze wavelength
Slits	Continuously variable from 10 μm to 5 mm
Dispersion	2.7 nm/mm for 1200l/mm grating
Resolution	grating dependent, maximum ~0.5nm
Wavelength accuracy	$\pm 0.2\text{nm}$, automated backlash removal. Position determined by software.

Répartition de la contrainte



SI image

