



ETUDE DES DEFAUTS DANS LES COUCHES HETEROEPITAXIALES DE MATERIAUX I I I-V PAR L'ANALYSE METALLOGRAPHIQUE SUR BISEAU CHIMIQUE

A. Huber, G. Laurencin, M. Razeghi

► To cite this version:

A. Huber, G. Laurencin, M. Razeghi. ETUDE DES DEFAUTS DANS LES COUCHES HETEROEPITAXIALES DE MATERIAUX I I I-V PAR L'ANALYSE METALLOGRAPHIQUE SUR BISEAU CHIMIQUE. Journal de Physique Colloques, 1983, 44 (C4), pp.C4-409-C4-414. 10.1051/jphyscol:1983448 . jpa-00223068

HAL Id: jpa-00223068

<https://hal.science/jpa-00223068>

Submitted on 4 Feb 2008

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.

ETUDE DES DEFAUTS DANS LES COUCHES HETEROEPITAXIALES DE MATERIAUX
III-V PAR L'ANALYSE METALLOGRAPHIQUE SUR BISEAU CHIMIQUE

A.M. Huber, G. Laurencin et M. Razeghi

Thomson-CSF, Laboratoire Central de Recherches, B.P. 10, 91401 Orsay, France

Résumé - Une technique de révélation a été mise au point pour l'étude des défauts dans les structures hétéroépitaxiales de mono et multicouches. La réalisation d'un biseau chimique de très faible angle avant la révélation a permis l'évaluation de la structure cristalline et l'étude des interfaces.

Abstract - The "etch pit" observation technique has been developed for the study of the crystalline perfection of mono and multilayer heterostructure. Before the selective revelation we form a chemical bevel with a very low angle. By this technique we can see if misfit dislocation at the interface are generated or not.

I - INTRODUCTION

Les structures hétéroépitaxiales des composés III-V sont de plus en plus utilisées comme matériau de base des dispositifs optoélectroniques et hyperfréquences.

Il est bien connu que les défauts cristallins ont une influence sur la qualité électrique du matériau (1.2.3.) ; ainsi l'évaluation de la perfection cristalline est-elle très importante, pour la définition des conditions de croissance optimales. Par exemple, pour les lasers on demande des hétérostructures sans dislocations de désaccord de réseau (D.D.R.).

La méthode de caractérisation structurale, la plus facile à mettre en œuvre est l'analyse métallographique. La corrélation entre les figures d'attaque et la nature des défauts dans GaAs et dans InP (matériaux de base des III-V) a été établie depuis plusieurs années (4.5.6.7.8.). Toutefois, ces études sont limitées aux matériaux monocristallins et aux hétéroépitaxies avec monocouches (9).

Or dans la pratique, les lasers et les diodes sont constitués de multicouches de faible épaisseur. Les structures hétéroépitaxiales doivent donc être étudiées sur biseau ce qui permet de mettre en évidence les couches successives.

II - REALISATION DU BISEAU.

Le biseau dit "mécanique" n'est pas utilisable, car il est obtenu par rodage. Ce traitement crée des défauts dans le cristal sur plusieurs microns de profondeur et la révélation chimique présente alors des figures de corrosion (F.C.) dues à la préparation de surface. Il est difficile d'améliorer cette situation par un décapage chimique préalable à la révélation.

La réalisation d'un biseau chimique est donc nécessaire à ce type d'étude. Nous avons utilisé et développé (10,11) la méthode de R. Mellet (12). Le montage est représenté sur la figure 1. Avec cette méthode on déplace le liquide réactif (15% de brome dans du méthanol pour les composés III-V) devant l'échantillon monté verticalement sur un support. La valeur de l'angle obtenu dépend :

- a) de la concentration du brome ; plus la concentration du brome est faible plus l'angle du biseau est faible (à vitesse constante de déplacement du liquide)
- b) de la vitesse de déplacement du liquide, plus elle est faible, plus l'angle du biseau est important (à concentration égale).

On peut obtenir des biseaux avec un angle α très faible, par exemple $0,02^\circ$ - $0,06^\circ$. La concentration du brome dans le méthanol est d'environ 15% pour obtenir des biseaux avec $\alpha = 0,05^\circ$. D'autre part, les composés III-V s'attaquent avec la même vitesse

ainsi on réalise des biseaux bien lisses et sans marche. La figure 2 représente le schéma d'un biseau sur une hétérostructure de trois couches.

III - TECHNIQUE DE REVELATION DES DEFAUTS DANS LES COMPOSES III-V.

Le bain d'attaque idéal est celui qui révèle avec netteté les défauts (dislocations, D.D.R., striations et précipités) dans les différents composés des hétérostructures, en dissolvant le minimum de matériau ($0,1 \mu\text{m}$).

A notre connaissance il existe deux bains de révélation adaptables aux composés III-V.

1) Le bain H (6) révèle tous les défauts avec une grande sensibilité en ne dissolvant que très peu de matériau ($0,05 - 0,1 \mu\text{m}$) mais il n'agit que sur InP. GaAs,

AlGaAs, InGaAs, InGaAsP sont inattaquables par ce bain.

2) Le bain AB (4) modifié (attaque sous éclaircissement) ou non, révèle tous les composés, mais pour obtenir des figures d'attaque identifiables il est nécessaire de dissoudre plus de $0,5 \mu\text{m}$ du matériau. D'autre part, on a observé en utilisant le bain AB modifié, l'arrêt total de l'attaque à proximité des interfaces dans le cas des hétérostructures.

La révélation à 60°C sans éclaircissement est toujours possible, mais le contrôle de la quantité de matériau dissous reste délicat. Ainsi la révélation au bain AB des structures complètes est réservée aux dépôts d'épaisseur supérieurs à $2 \mu\text{m}$.

IV. ETUDE DES HETEROSTRUCTURES.

Nous avons réalisé des biseaux sur les structures mono et hétéroépitaxiales des composés $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ et $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_{1-y}\text{P}_y/\text{InP}$ (ternaire : T et quaternaire : Q) ; Celles-ci ont été étudiées en révélant uniquement les défauts dans InP.

Kazuo et al (9) ont étudié la formation des D.D.R. dans des dépôts T et Q sur InP (en monocouche) d'abord par topographie aux rayons X en transmission, ensuite après dissolution des dépôts, ils ont révélé l'InP sous-jacent. Ils ont démontré que les D.D.R. vues par topographie aux rayons X ont toujours été révélées par l'attaque chimique sur l'InP sous-jacent.

Par la présentation de quelques exemples on essaie de montrer que la révélation sur biseau des défauts dans InP, suivie éventuellement de la dissolution des couches T et Q, et de l'attaque de InP sous-jacent (voir le schéma de la figure 3) ; permet d'obtenir une connaissance très satisfaisante de la qualité du matériau ; mais aussi elle nous renseigne sur les défauts au niveau de l'interface.

Sur la figure 4 on présente cependant un échantillon pour lequel l'utilisation des deux bains de révélation : H et AB a été possible, l'épaisseur du dépôt de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ étant de $6 \mu\text{m}$ ($x = 0,51$, le dépôt a été préparé par phase vapeur).

L'attaque (2 minutes) du biseau ($\alpha = 0,11^\circ$) au bain H a permis de déterminer la qualité du substrat (figure 4a), le nombre de dislocations par cm^2 (ici $\text{F.C.} = 5.10^4 \text{ cm}^{-2}$) a été compté, de plus la présence des D.D.R. à l'interface T/InP a été mise en évidence. Elles sont vues par l'augmentation du nombre des F.C. à partir de l'interface ($\text{F.C.} = 6.10^5 \text{ cm}^{-2}$). Les D.D.R. pénètrent jusqu'à environ $1 \mu\text{m}$ dans InP, comme on a pu le mesurer sur le biseau. On voit bien que T est inattaqué par le bain H. Le contour bien marqué de l'interface est dû à la différence de niveau créée entre les couches après la légère dissolution de InP lors de l'attaque.

Le dessin de l'interface reflète la planéité de la surface d'origine. L'attaque au bain H suivi du bain AB (60°C pendant 3 minutes) a révélé en plus des D.D.R. dans la couche T (figure 4b). Elles se propagent jusqu'à la surface.

La dissolution de la couche T a été effectuée dans la solution suivante : 1 vol. H_2O , 1 vol. HF et 1 vol. HNO_3 puis l'InP sous-jacent a été attaqué au bain H.

La figure 8a présente les résultats obtenus. La mise en évidence des D.D.R. est très nette.

La figure 5 est le schéma de la structure des lasers préparés par cracking de composés organométalliques sous pression réduite. L'examen métallographique sur biseau de deux échantillons A et B (préparés séparément) est présenté sur les figures 6 et 7. Une éventuelle mesure des épaisseurs, doit être effectuée avant la révélation, étant donnée la légère dissolution de InP. L'échantillon A de la fig. 6

n'a pas de D.D.R. aux interfaces, le nombre de dislocations dans la couche d'InP (couche de confinement entre Q_1 et Q_2) est le même que dans le substrat. Les dislocations sont induites par celles du substrat ($F.C. = 4.10^4 \text{ cm}^{-2}$).

La dissolution des couches Q_1 et Q_2 et l'attaque de InP sous-jacent confirme l'absence des D.D.R. (voir figures 8b et 8c). Ce résultat montre que l'épitaxie s'est déroulée parfaitement et que les composés superposés s'accordent très bien. De même, l'échantillon B présenté sur la figure 7 n'a pas de D.D.R., mais on observe une augmentation considérable de F.C. dans la couche de confinement ($F.C. = 6.10^4 \text{ cm}^{-2}$ dans le substrat, $F.C. = 5.10^5 \text{ cm}^{-2}$ dans la couche de confinement). L'origine de ce phénomène n'est pas encore bien déterminée, cependant elle peut être liée à un léger écart de stoechiométrie.

V. CONCLUSION.

La réalisation de biseaux chimiques à faible angle $\alpha = 0,02^\circ - 0,06^\circ$ a permis d'observer au microscope optique des couches très minces et des interfaces avec un agrandissement de $10^3 - 5.10^3$.

Une technique de révélation sur biseau, adaptée aux mono et multicouches des structures hétéroépitaxiées a permis l'évaluation de la structure cristalline des composés InGaAs/InP et InGaAsP/InP. Sur ces mêmes structures on a pu mettre en évidence des dislocations de désaccord de réseau.

REMERCIEMENT.

Nous tenons à remercier Monsieur A. FRIEDERICH pour ses fructueux conseils.

REFERENCES.

- /1/ H. Nakala and T. Ninomiya, J. Phys. Soc. Jpn. 42 (1977) 552.
- /2/ M.M. Tashima, L.W. Cook, N. Tabatabaie and G.E. Stillmann, Appl. Phys. Lett. 38. 1009 (1981).
- /3/ J. ShivaFuji, A. Tamura, M. Inoue and Y. Inuishi, J. Appl. Phys. 52. 4704 (1981).
- /4/ M. Sabrahams, C.J. Buiochi, J. Appl. Phys. 36. 2855 (1965).
- /5/ A.M. Huber, G. Champier, Proc. Intern. Symp. on GaAs Achen. 1970 (Inst. of Physics and Phys. Soc. London) p 118 .
- /6/ A.M. Huber, N.T. Linh, J. of Cryst. Growth 29.80 (1975).
- /7/ P. D. Augustus, P.D. Striland, Electrochem. Soc. Fall. Meeting, Hollywood, Extended Abstract n° 45.
- /8/ M.M. Al-Jassim, C.A. Warwick, D.R. Bookev, Inst. Phys. Conf. Ser. n° 60, section 7 Semicon. Mater. Conf. Oxford 6-10 April (1981) p 357.
- /9/ Kazuo Nakajima, Susumu Yamazaki, Satoshi Komiya, Kenzo Akita, J. Appl. Phys. 52 (7) 4575 (1981).
- /10/ R. Bisaro, G. Laurencin, A. Friederich, M. Razeghi, Appl. Phys. Lett. 40. 978 (1982).
- /11/ G. Laurencin, Contribution à la caractérisation des composés III-V, Thèse de C.N.A.M. 28 Juin 1982.
- /12/ R. Mellet C.N.E.T. (Bagneux) communication privée.
- /13/ M. Razeghi, Revue Thomson-Csf n° 1 (1983)

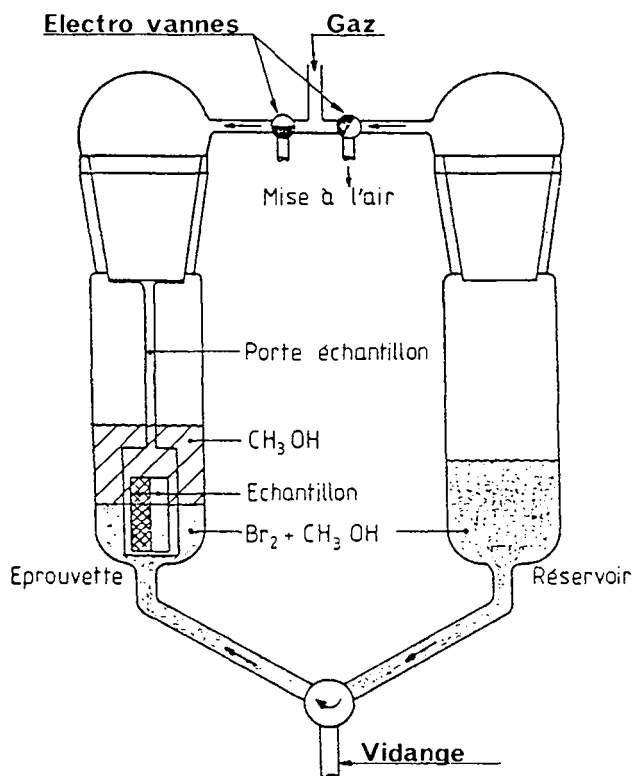


Fig. 1 - Schéma de l'appareil pour réaliser des biseaux chimiques.
Schematic of chemical bevel apparatus.

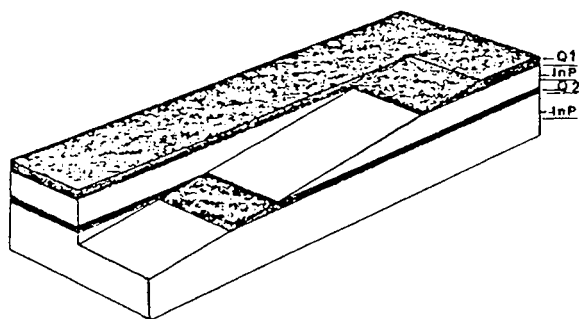


Fig. 2 - Schéma du biseau chimique.
Schematic of heterostructure bevel.

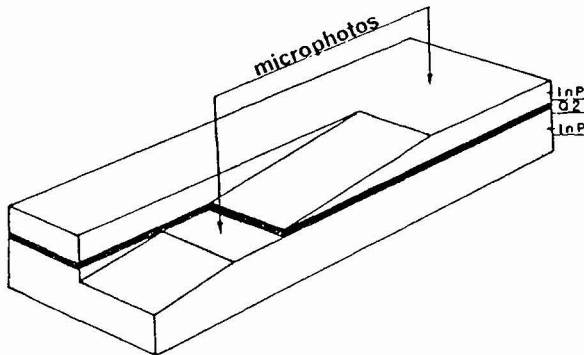


Fig. 3 - Etude des interfaces. Dissolution des couches Q et attaque de InP sous-jacent au bain H.
 ~ Schematic of heterostructure bevel after Q layer dissolution. Etch pits observation on InP.

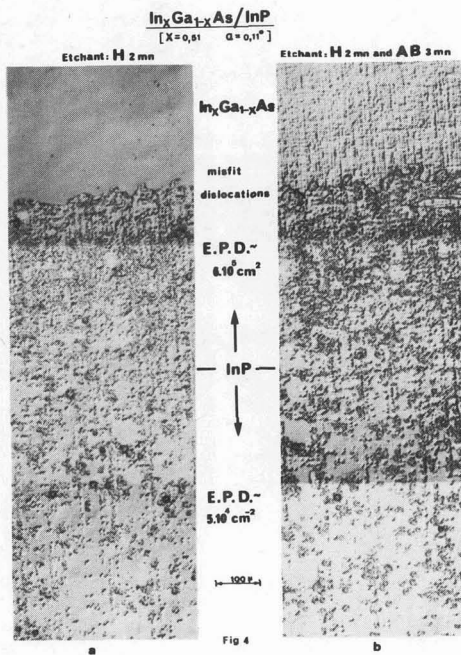


Fig.4 -R  v  lation sur biseau Ternaire/InP a) bain H ; b) bain H puis AB. Mise en   vidence des D.D.R.
 -Etch pits observation on chemical bevel of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$
 a) H bath ; b) H bath and AB bath.

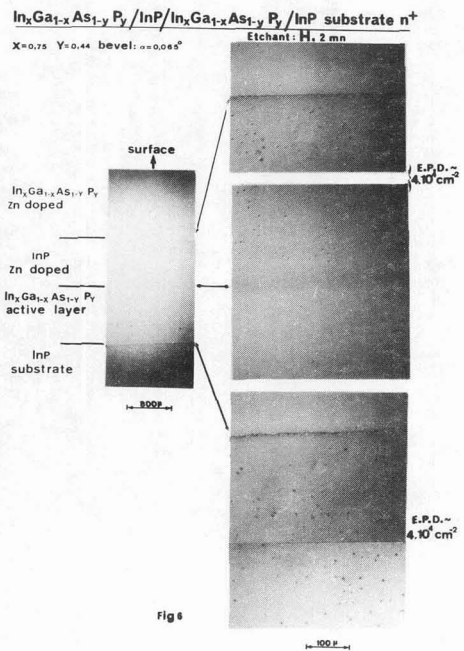


Fig.6 -R  v  lation sur biseau d'une structure de laser ($\lambda = 1,34\mu\text{m}$) - Echant. A pas de D.D.R.
 -Etch pits observation on chemical bevel of a laser structure. (H bath).

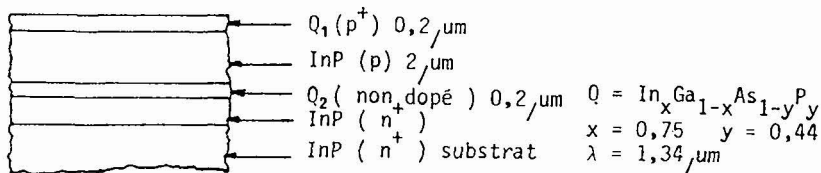
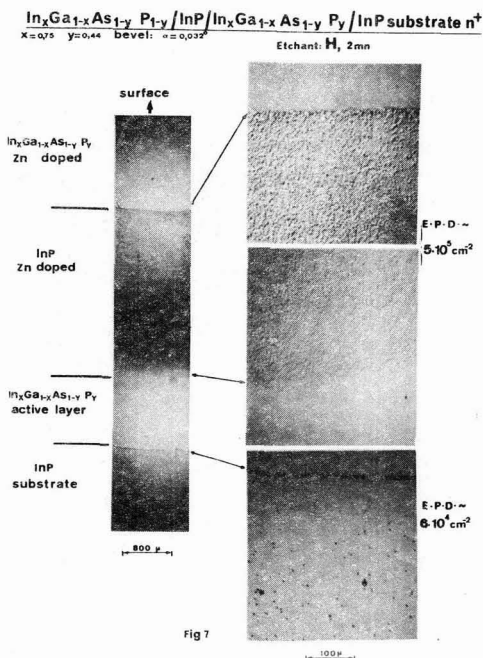


Fig. 5 - Schéma d'un laser.

Schematic cross section of a laser structure.

Fig.7 -Révélation sur biseau d'une structure de laser ($\lambda = 1,34 \mu m$) -Echant. B pas de D.D.R. mais augmentation de F.C. dans InP (couche de confinement).

-Etch pits observation on chemical bevel of a laser structure. High E.P.D. in InP confining layer.

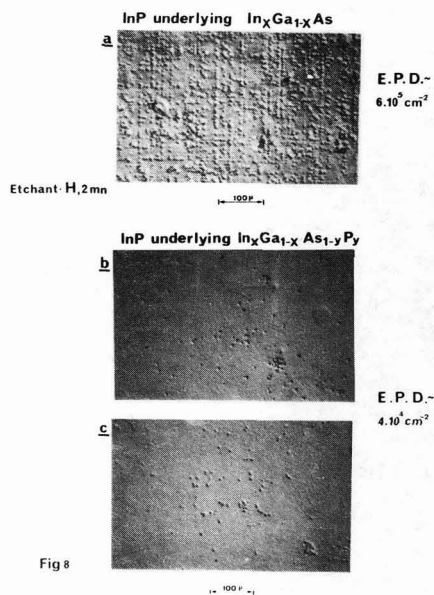


Fig.8 -Révélation de InP sous-jacent au bain H. a) InP sous Ternaire. Présence de D.D.R.; b) et c) InP sous Quaternaire pas de D.D.R.

-Etch pits observation on: a) InP underlying $In_xGa_{1-x}As_{1-y}P_y$. Mismatch dislocations; b) and c) InP underlying $In_xGa_{1-x}As_{1-y}P_y$ without mismatch dislocations.