Classification

Physics Abstracts

68.00 — 68.22 — 68.55

Etude de l'effet de la température de dépôt ou de recuit sur la formation de l'interface Au/GaSb(100) par diffraction d'électrons lents et spectroscopies d'électrons Auger ou de pertes d'énergie

M. Rouanet, W. Oueini, M. Nouaoura, N. Bertru, J. Bonnet et L. Lassabatere

Laboratoire d'Etudes des Surfaces, Interfaces et Composants, LESIC, U.A. 787, Université Montpellier II, Place Eugène Bataillon Bât. 21, CC088, 34095 Montpellier Cedex 5, France

(Reçu le 8 juillet 1994, révisé le 28 novembre 1994, accepté le 14 février 1995)

Résumé. — Nous étudions par spectroscopie d'électrons Auger (SEA), spectroscopie de pertes d'énergies d'électrons lents (SPEEL) et diffraction d'électrons lents (DEL), l'adsorption de l'or sur des surfaces (100) de couches de GaSb obtenues au laboratoire par épitaxie par jets moléculaires (EJM) sur des substrats de GaSb, puis transférées pour dépôt et étude dans l'enceinte à ultravide de dépôt métallique par l'intermédiaire d'un sas sous ultravide. Les mesures sont effectuées avant et après dépôts d'or ($6 \times 10^{13} - 1,8 \times 10^{16}$ atomes cm^{-2}) réalisés sur un substrat à la température ambiante ou refroidi à 220 K. Les échantillons sont ensuite étudiés pendant le recuit jusqu'à 520 K. Les résultats obtenus montrent que l'or, dans un premier temps s'adsorbe sur la surface, puis, lorsque le dépôt augmente, diffuse dans le volume du matériau. Cette diffusion, qui peut s'accompagner de la formation d'alliages, n'est cependant notable dans la gamme de température utilisée que pour des dépôts supérieurs à 10^{15} atomes cm^{-2} .

Abstract. — Auger electron spectroscopy (AES), energy electron loss spectroscopy (EELS) and low energy electron diffraction (LEED) are used to precise the interaction of gold with GaSb(100) surfaces grown on GaSb substrates by molecular beam epitaxy (MBE). After the growth, the GaSb layers, produced in the laboratory, were transferred by the mean of an ultra vacuum lock chamber, into an other ultra vacuum chamber devoted to the deposit of gold and to the physical studies. Measurements were first performed on the clean surfaces and then on surfaces covered by increasing amounts of gold ($6 \times 10^{13} - 1.8 \times 10^{16}$ atoms cm^{-2}) deposited on substrates brought at room temperature or at low temperature (220 K). The samples were then studied during the annealing up to 520 K. The results show that, at the beginning of the deposition, gold was adsorbed on the MBE GaSb(100) surface. When the gold coverage increases and becomes higher than 10^{15} atoms cm^{-2} , Au diffuses into the bulk and forms alloys.

1. Introduction

Le contact métal semi-conducteur a été très largement étudié surtout depuis les années 80 en raison de son intérêt théorique mais aussi de son importance dans la technologie des composants. De sa connaissance dépendent en effet la maîtrise des diodes Schottky [1] et celle des

contacts ohmiques [2]. Beaucoup de travaux ont porté sur l'étude du contact métal - silicium, mais les semi-conducteurs composés ont aussi été largement étudiés. Parmi les composés III-V, c'est le GaAs, dont la technologie d'élaboration est la plus avancée qui a fait l'objet du maximum d'études. Il sert généralement de modèle. Toutefois, les résultats obtenus ne sont pas transposables simplement au GaSb, en particulier en raison de la plus faible chaleur de formation de ce dernier ($10 \text{ kcal mole}^{-1}$). Or le GaSb, qui a une largeur de bande interdite petite ($0,72 \text{ eV}$ à 300 K), une mobilité de porteurs importante (électrons : $5000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$, trous : $1400 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ à 300 K) et un paramètre cristallin qui permet son épitaxie presque sans désaccord de maille avec d'autres matériaux (InAs, AlSb, GaAlSb), est un candidat attractif pour la réalisation de dispositifs d'optoélectronique ou d'électronique rapide [3,4]. Son étude est devenue de ce fait d'actualité. Ceci explique le développement récent des recherches sur les matériaux de la famille des antimoniures. C'est ainsi que des études d'adsorption métallique sur des surfaces de GaSb ont été effectuées sur les faces (100) obtenues par polissage et nettoyage sous ultravide [5] ou par épitaxie [6], et sur des faces (110) obtenues par clivage à l'air [7] ou sous ultravide [8-11]. Les premières sont les surfaces d'élaboration industrielle des composants. Leur maîtrise est indispensable si on veut élaborer des composants fiables. Les dernières, dont la propreté est parfaite, dont la cristallographie et la stoechiométrie sont très bien déterminées, et dont la réactivité est importante en raison de liaisons pendantes dues au clivage, représentent des substrats idéaux pour la détermination des modes de liaison des atomes et des états électroniques de l'interface. Leur étude, tout en générant des avancées au plan fondamental, permet d'aborder plus efficacement les travaux relatifs aux surfaces industrielles.

L'or, seul ou associé à d'autres éléments, est souvent utilisé pour former des contacts sur GaAs et GaSb [12-15]. Toutefois son interaction avec ces deux matériaux est différente. L'étude aux Rayons X sur des poudres a montré qu'il ne réagit pas avec GaAs, mais réagit avec d'autres III-V, dont GaSb, pour former des composés Au-III et Au-V. Sur GaSb, suivant les températures, les auteurs [16] ont observé les phases AuGa, AuGa₂, Au₇Ga₂, Au₇Ga₃, Au₉Ga₄, Au₂Ga, AuSb₂ et Sb. Au et GaSb sont thermodynamiquement instables l'un par rapport à l'autre et peuvent réagir spontanément entre eux en phase solide. Les résultats obtenus par spectroscopie de photoémission, [10] sur des dépôts compris entre $0,15$ et 100 Å ainsi que par spectroscopie d'électrons Auger associée à une érosion par ions Argon ont montré que l'or interagissait fortement avec les surfaces de GaSb (110), libérant de l'antimoine de l'interface, qui flotterait à la surface du film d'or. Ces réactions apparaissent dès la température ambiante, comme l'ont confirmé des études par DEL et SEA sur une surface de GaSb (001) [17], et s'intensifient à plus haute température comme l'ont montré des études sur le recuit de l'interface Au/GaSb (110) par spectroscopie de photoélectrons X résolue angulairement [18]. Les auteurs ont en effet montré que, dans le cas d'un film de 85 Å recuit à 673 K , l'or réagissait chimiquement avec le substrat alors qu'après recuit à 813 K , il s'incorporait dans le réseau et se substituait préférentiellement aux atomes de gallium. D'autres auteurs [17] ont comparé les résultats de DEL et SEA obtenus après recuit d'un dépôt d'Au sur GaSb ou d'AuGa₂ sur GaSb. Ils en ont déduit que le recuit du dépôt se traduisait par la formation de microphases ou d'îlots dont les caractéristiques (dimension, composition) dépendaient de la température du recuit.

Les premiers stades de l'adsorption peuvent dépendre de la qualité de la surface soumise au flux métallique. Les polissages et nettoyages en particulier modifient la stoechiométrie de la surface, sa rugosité, sa cristallographie ou laissent des résidus. Les couches EJM sont fabriquées de façon reproductible. Dans des conditions bien définies d'arrêt de croissance et de retour à la température ambiante, les surfaces d'arrêt (100) sont reproductibles et propres. Elles présentent une structure parfaitement définie, permettant ainsi de limiter le nombre de paramètres susceptibles de jouer un rôle dans l'interaction, et remplissent donc correctement le rôle de référence souhaité. Nous présentons ici les résultats d'une étude systématique par

SEA, SPEEL et DEL de l'interaction d'un dépôt d'or fin sur des surfaces propres de GaSb(100) obtenues par EJM. Nous examinons l'influence du recouvrement, de la température de dépôt (300 K ou 220 K) et d'un traitement thermique sous vide (≤ 520 K).

2. Méthode expérimentale

Le dispositif expérimental est constitué de deux ensembles à ultravide séparés. Le premier comprend l'enceinte d'épitaxie par jets moléculaires couplée à une enceinte d'analyse. Le second est dévolu à la réalisation et l'étude des dépôts métalliques. Les échantillons sont collés à l'indium sur un support de molybdène. Après réalisation de la couche dans l'enceinte d'épitaxie, ils sont transférés avec leur support dans l'enceinte de dépôt métallique au moyen d'un sas maintenu sous un vide de l'ordre de $1,5 \times 10^{-7}$ Pa. L'ensemble support-échantillon est alors fixé sur un manipulateur XYZ θ dont l'embout est équipé d'un four et d'un système de refroidissement par circulation d'azote liquide. Les conditions expérimentales liées au transfert ne permettant pas de fixer une sonde de mesure sur le support chargé par l'échantillon, un étalonnage préalable a été effectué pour déduire la température du substrat de celle mesurée sur l'embout du manipulateur. La température la plus basse atteinte par ce système est de 220 K. La température de recuit la plus élevée a été fixée à 520 K.

L'enceinte de dépôt métallique et d'analyse est équipée d'un DEL et d'un CMA servant à la fois pour la SEA et la SPEEL. Pour la SEA, les électrons primaires ont une énergie de 3000 eV, et le faisceau a une intensité de 100 μ A. Le signal enregistré est le signal dérivé. L'amplitude de modulation utilisée, constante sur tout le spectre, est de 2 V. Nous noterons A_x la transition Auger de l'élément A à l'énergie x , et $A_{(x)}$ l'amplitude crête à crête $\text{EdN(E)}/dE$ du pic qui lui correspond. Pour la SPEEL, les électrons primaires ont une énergie de 120 eV et le faisceau a une intensité de 30 μ A. Le signal enregistré est le signal dérivée seconde. L'amplitude de modulation utilisée, constante sur tout le spectre, est de 1 V.

L'évaporateur est constitué d'une perle d'or fixée sur un filament chauffant entouré par un serpentín refroidi à l'azote liquide pour piéger les gaz désorbés. La vitesse d'évaporation est fixée par le courant de chauffage qui est maintenu constant durant tout le dépôt. La pression dans l'enceinte n'évolue pas en cours d'évaporation et reste voisine de $1,5 \times 10^{-8}$ Pa.

Une balance à quartz, refroidie par circulation d'eau afin d'éviter toute dérive thermique due à un chauffage éventuel par le rayonnement de l'évaporateur indique, en prenant en compte la densité du matériau, l'épaisseur d déposée sur le capteur. Cet affichage suppose que le dépôt est uniforme et de structure semblable à celle du matériau massif. Dans ces conditions, $d = 1$ Å correspond à la condensation de $5,9 \times 10^{14}$ atomes par cm^2 de la surface du capteur. En raison de la géométrie de notre système, le capteur et l'échantillon reçoivent le même flux métallique. Pour GaSb (100), en considérant un paramètre de maille de 6,095 Å, la monocouche de surface correspond à $5,38 \times 10^{14}$ atomes cm^{-2} , donc à une lecture de 0,912 Å sur la balance à quartz. Pour cette étude, nous avons adopté une vitesse de dépôt de l'ordre de 2×10^{-4} Å s^{-1} , et limité la quantité déposée à 30 Å.

Les couches de GaSb d'épaisseur 1 μm ont été réalisées par EJM sur des substrats monocristallins de GaSb (100) (type p, dopant Zn, concentration de porteurs 2×10^{17} cm^{-3} , dimension 1×1 cm^2), préalablement nettoyés par la technique UV Ozone [19]. Elles ont été élaborées dans des conditions dites "riches en antimoine" ($T_s = 520$ °C, $P(\text{Sb}_4) = 5 \times 10^{-5}$ Pa, $\phi(\text{Sb}_4)/\phi(\text{Ga}) = 3$), leurs surfaces présentent en cours de croissance une structure (1 $\times$ 3). Pour arrêter la croissance, le flux de gallium est tout d'abord coupé, puis on procède simultanément à l'arrêt du chauffage de l'échantillon et à la fermeture du cache de la cellule d'antimoine. La structure (1 $\times$ 3) se maintient jusqu'à la température ambiante.

Fig. 1. — Spectres Auger du GaSb(100) massif a), de l'or b), d'un dépôt d'or de 30 Å sur du GaSb c). [Auger spectra of clean GaSb(100) a), gold b), and 30 Å gold layer on GaSb(100) c).]

3. Résultats expérimentaux

Après le transfert, les surfaces présentent toujours la même surstructure (1×3). L'analyse SEA ne fait pas apparaître d'élément polluant (C, N, O). Dans les conditions de sensibilité de la mesure, ces surfaces peuvent donc être considérées comme propres.

Les principales transitions Auger du GaSb et de l'or massif sont Sb_{26} , Sb_{454} , Sb_{462} , Ga_{55} , Ga_{1070} et Ga_{1097} (Fig. 1a), Au_{26} et Au_{69} (Fig. 1b). Dans le cas d'un dépôt d'or mince sur une surface de GaSb, les pics du métal et du semiconducteur se superposent (Au_{26} et Sb_{26}) ou se chevauchent (Au_{69} et Ga_{55}) (Fig. 1c). Au cours de cette étude, nous n'utiliserons donc que les transitions du GaSb de haute énergie ayant la plus forte amplitude Sb_{454} et Ga_{1070} et la transition Au_{69} de l'or qui masque très rapidement la transition Ga_{55} .

Les transitions Sb_{454} et Ga_{1070} sont toutes deux atténuées lors du dépôt métallique, mais dans des proportions différentes. Cette différence est mise en évidence par le tracé des variations du pic $Sb_{(454)}$ et du rapport $Sb_{(454)}/Ga_{(1070)}$ avec le dépôt. Dans ces représentations $Sb_{(454)}$ est normée par rapport à sa valeur sur la surface sans dépôt, $Au_{(69)}$ par rapport à sa valeur obtenue après dépôt massif sur du cuivre. $Sb_{(454)}/Ga_{(1070)}$ a été corrigé par le rapport " α " des coefficients de sensibilité théoriques des deux éléments [20].

Fig. 2

Fig. 3

Fig. 2. — Intensités normalisées des pics Auger en fonction du dépôt d'or. ($\diamond$) $\text{Sb}_{(454)}$ 300 K, ($\square$) $\text{Au}_{(69)}$ 300 K, ($\blacklozenge$) $\text{Sb}_{(454)}$ 220 K, ($\blacksquare$) $\text{Au}_{(69)}$ 220 K.
[Normalized Auger peak intensities *versus* gold thickness ($\diamond$) $\text{Sb}_{(454)}$ 300 K, ($\square$) $\text{Au}_{(69)}$ 300 K, ($\blacklozenge$) $\text{Sb}_{(454)}$ 220 K, ($\blacksquare$) $\text{Au}_{(69)}$ 220 K.]

Fig. 3. — Intensités normalisées des pics Auger $\text{Sb}_{(454)}$ ($\blacksquare$) et $\text{Au}_{(69)}$ ($\blacklozenge$) en fonction du dépôt d'or à 300 K. Comparaison avec les fonctions $I_a = 1 - \exp(-\frac{d}{\lambda})$ - - - et $I_s = \exp(\frac{d}{\lambda})$ - · -
[$\text{Sb}_{(454)}$ ($\blacksquare$) and $\text{Au}_{(69)}$ ($\blacklozenge$). Normalized Auger peak intensities *versus* gold thickness at 300 K. Comparison with the functions $I_a = 1 - \exp(-\frac{d}{\lambda})$ - - - and $I_s = \exp(\frac{d}{\lambda})$ - · -]

3.1. DÉPÔT D'OR À LA TEMPÉRATURE AMBIANTE. — Nous reportons (Fig. 2) l'évolution des hauteurs des pics $\text{Au}_{(69)}$ et $\text{Sb}_{(454)}$ en fonction de d . Pour les dépôts inférieurs à 2 Å, ces évolutions peuvent être respectivement approchées par les fonctions exponentielles $I_a = 1 - \exp(-\frac{d}{\lambda})$ et $I_s = \exp(\frac{d}{\lambda})$ (Fig. 3), dans lesquelles I_a et I_s représentent respectivement les valeurs normalisées de l'intensité des pics de l'adsorbât et du substrat, d une grandeur proportionnelle à la quantité déposée et λ une constante. Pour ces faibles dépôts, le signal Auger évolue donc comme dans le cas d'une croissance 2D. Pour les dépôts plus importants, la courbe expérimentale s'éloigne de l'exponentielle : la croissance ne se fait pas couche par couche. Après dépôt de 30 Å, le signal de l'or n'atteint que 40 % de l'amplitude correspondant au matériau massif, et le pic du substrat conserve une amplitude égale à 40 % de sa valeur initiale. Les variations de $\alpha \text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ mettent aussi en évidence la valeur critique de 2 Å (Fig. 4). En effet, pour les dépôts inférieurs à cette valeur, ce rapport diminue faiblement. Pour les dépôts plus grands, il augmente du fait d'une atténuation plus faible du pic de l'antimoine que de celui du gallium.

L'étude en DEL confirme l'évolution précédente : dès les premiers stades du dépôt, le diagramme devient flou. Sa disparition totale intervient aux alentours de 2 Å.

Les spectres de pertes sur des surfaces EJM (Fig. 5a) ont été interprétés par ailleurs [21–23]. Ces spectres sont modifiés par le dépôt. (Fig. 5a-c). On constate en particulier la disparition progressive des plasmons de volume (14,6 eV) et de surface (9,5 eV) du GaSb, ainsi que

Fig. 4. — $\alpha \text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ en fonction du dépôt d'or à (□) 300 K, (■) 220 K.
 $[\alpha \text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ versus gold thickness at (□) 300 K, (■) 220 K.]

partition d'une structure à basse énergie, de faible amplitude [24]. Nous avons reporté (Fig. 6) les variations de l'amplitude du plasmon de volume avec d . Le plasmon s'atténue avec la quantité déposée. Cette atténuation est d'environ 50 % pour 2 Å déposés. Au delà, l'atténuation en fonction de d est plus faible. Pour la valeur limite de 2 Å, la courbe présente en outre un épaulement.

3.2. DÉPÔT D'OR À BASSE TEMPÉRATURE. — L'échantillon étant refroidi à 220 K, nous avons fait le dépôt d'or et repris l'ensemble des études précédentes. Les principaux résultats sont présentés (Figs. 2, 4 et 6) avec ceux relevés à 300 K. Les évolutions décrites plus haut sont confirmées. Toutefois, après dépôt de 25 Å, $\text{Au}_{(69)}$ est plus intense alors que $\text{Sb}_{(454)}$ est plus atténuée. Le rapport $\alpha \text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ décroît jusqu'aux alentours de 10 Å puis augmente. Le plasmon de volume évolue comme à la température ambiante.

3.3. RECUIT À 520 K. — Nous présentons les courbes relatives à une couche d'or de 25 Å déposée à 220 K et recuite jusqu'à une température (520 K), largement inférieure à la température d'évaporation non congruente du GaSb sous vide (723 K) [25]. Les mesures ont été effectuées à la température du recuit, après que l'échantillon ait été maintenu 5 mn à cette température. Nous n'avons pas constaté d'évolution due à des temps de recuit plus importants. Nous avons représenté respectivement (Figs. 7, 8) les variations de $\text{Au}_{(69)}$, $\text{Sb}_{(454)}$, $\text{Ga}_{(1070)}$ et celles de $\alpha \text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ en fonction de la température du recuit, dans le domaine 220 K - 520 K. Lors du recuit, $\text{Au}_{(69)}$ diminue alors que $\text{Sb}_{(454)}$ et $\text{Ga}_{(1070)}$ augmentent. Le rapport $\text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ augmente jusqu'aux alentours de 350 K, puis il diminue. Ce comportement est lié à une évolution différente de $\text{Sb}_{(454)}$ et $\text{Ga}_{(1070)}$: $\text{Ga}_{(1070)}$ croît de façon continue dans la gamme de température explorée, alors que $\text{Sb}_{(454)}$ tend à se saturer. L'état final atteint par $\text{Au}_{(69)}$ et $\text{Sb}_{(454)}$ est semblable à celui observé après dépôt d'or de 1 Å. Nous avons constaté la réapparition d'un diagramme de DEL flou à 510 K.

Fig. 5

Fig. 5. — Modification des spectres de pertes avec le dépôt d'or à 300K. a) surface propre, b) après dépôt de 3,5 Å, c) après dépôt de 14 Å.

[Modification of LOSS spectra with gold deposition. a) clean surface, b) after 3.5 Å, c) after 14 Å deposition.]

Fig. 6

Fig. 6. — Intensité du plasmon de volume du GaSb en fonction du dépôt d'or à (□) 300 K, (■) 220 K. [GaSb bulk plasmon intensity versus gold thickness at (□) 300 K, (■) 220 K.]

4. Discussion

En raison de l'évolution du courant d'échantillon avec l'épaisseur du dépôt (Fig. 9), il n'est pas possible de déduire simplement des informations quantitatives irréfutables de l'étude précédente. Cette évolution qui peut être attribuée à un effet de rétrodiffusion [26,27] qui augmente avec le numéro atomique, ne met cependant pas en cause les tendances que nous avons ob-

Fig. 7

Fig. 8

Fig. 7. — Intensités normalisées des pics Auger (■) Au₍₆₉₎, (□) Sb₍₄₅₄₎ et (◇) Ga₍₁₀₇₀₎ en fonction de la température de l'échantillon après dépôt de 30 Å d'or à 220 K.

[(■) Au₍₆₉₎, (□) Sb₍₄₅₄₎ and (◇) Ga₍₁₀₇₀₎ normalized Auger peak intensities *versus* the sample temperature after deposition of 30 Å of gold at 220 K.]

Fig. 8. — α Sb₍₄₅₄₎/Ga₍₁₀₇₀₎ en fonction de la température du recuit après dépôt de 30 Å d'or à 220 K. [α Sb₍₄₅₄₎/Ga₍₁₀₇₀₎ *versus* the annealing temperature after deposition of 30 Å of gold at 220 K.]

servées, et en particulier l'existence de deux modes d'interaction successifs des faibles dépôts d'or avec les surfaces EJM de GaSb (100). A la température ambiante, la limite entre ces deux modes se situe aux alentours de 2 Å. En deçà la variation de l'amplitude du pic Sb₍₄₅₄₎ avec le dépôt est exponentielle. L'or semble donc se déposer en couche 2D à la surface du GaSb. La diminution du rapport α Sb₍₄₅₄₎/Ga₍₁₀₇₀₎ s'explique alors par la différence entre les longueurs d'échappement λ des deux transitions ($\lambda_{\text{Ga}_{1070}} > \lambda_{\text{Sb}_{454}}$). L'atténuation importante du plasmon de volume du GaSb est en accord avec le recouvrement homogène de la surface. La diminution de l'intensité du diagramme de DEL va dans le même sens ; sa disparition aux alentours de 2 Å indique que la couverture de la surface est alors à peu près complète. Au-delà de 2 Å, les variations de l'intensité des pics Auger du substrat et de l'adsorbât sont plus faibles. Le rapport α Sb₍₄₅₄₎/Ga₍₁₀₇₀₎ augmente et dépasse largement la valeur mesurée initialement. Cette évolution indique un enrichissement de la surface en antimoine attribuable à une diffusion de Sb vers la surface, et de l'or vers le semiconducteur, comme cela a été observé dans le cas d'un dépôt d'or de 40 Å sur des surfaces initialement bombardées et recuites [17].

A basse température, on observe le même comportement général de la surface. Le plasmon de volume évolue comme à 300 K. Il présente encore un épaulement pour la même valeur de d . La croissance débute donc de la même façon. L'analyse de l'évolution des pics Au₍₆₉₎ et Sb₍₄₅₄₎ lorsque le dépôt augmente, montre que l'or pénètre moins dans le volume qu'à la

Fig. 9. — Courant d'échantillon en fonction du dépôt d'or à (□) 300 K, (■) 220 K.
[Crystal current *versus* gold thickness at (□) 300 K, (■) 220 K.]

température ambiante, et qu'il contribue à masquer le substrat de façon plus importante. Le rapport $\alpha \text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ qui continue à décroître jusqu'aux alentours de 10 Å confirme que le processus de diffusion est en partie inhibé par l'abaissement de la température. L'interdiffusion ne devient notable que pour un dépôt plus important.

Lors du recuit, après un dépôt de l'ordre de 25 Å effectué à 220 K, l'évolution des intensités Auger est relativement peu importante jusqu'aux alentours de 300 K. Les signaux Auger tendent vers les valeurs qui avaient été mesurées après le même dépôt effectué à la température ambiante. L'accroissement de la température fait apparaître entre 350 K et 450 K une augmentation importante des signaux du substrat corrélée à une diminution importante du signal de l'adsorbât. L'or masque donc de moins en moins le GaSb, soit parce qu'il diffuse de façon importante, soit parce qu'il se rassemble en îlots. Le rapport $\alpha \text{Sb}_{(454)}/\text{Ga}_{(1070)}$ augmente faiblement, indiquant la poursuite de la ségrégation de l'antimoine vers la surface. Pour les températures supérieures à 450 K, le pic $\text{Sb}_{(454)}$ se stabilise alors que les pics $\text{Au}_{(69)}$ et $\text{Ga}_{(1070)}$ continuent à évoluer en sens inverse. La diffusion se traduit alors essentiellement par un échange Au-Ga, ce dernier élément venant s'accumuler en surface. Cet effet peut être rapproché de celui obtenu par chauffage du GaSb sous vide, chauffage qui induit des évolutions de la stœchiométrie de surface qui vont dans le même sens que celles que nous avons observées et qui peuvent aboutir à la formation de gouttelettes de Gallium lorsque la température avoisine 720 K [25]. Dans le cas présent, l'évolution des pics se situe cependant dans une gamme de températures nettement plus faible. Il semble donc que l'or, en contribuant à la libération des atomes du substrat facilite l'interdiffusion. La réapparition d'un diagramme de DEL à 470 K montre que la surface présente à nouveau des domaines cristallins dont les propriétés structurales sont identiques à celles de la surface initiale.

La diffusion de l'or et son rassemblement en paquets ont vraisemblablement conduit à découvrir certaines zones du substrat qui, même si elles ont été sensiblement modifiées au point de vue de la stoechiométrie par une pénétration éventuelle d'or, ont conservé leur structure de surface initiale.

Bibliographie

- [1] Batra I.P., Tekman E. et Ciraci S., Theory of Schottky Barrier and Metallisation, *Progr. Surf. Sci.* **36** (1991) 289.
- [2] Shen T. C., Gao G. B. et Morkoç H., Recent developments in ohmic contacts for III-V compound semiconductors, *J. Vac. Sci. Technol. B* **10** (1992) 2113.
- [3] Milnes A. G., Semiconductor heterojunction topics: introduction and overview, *Solid-State Electron.* **29** (1986) 99.
- [4] Milnes A. G. et Polyakov A.Y., Review Gallium antimonide device related properties, *Solid-State Electron.* **36** (1993) 803.
- [5] Chang Y., Mao D., Kahn A., Bonnet J.J., Soonckindt L. et Le Lay G., Morphology, chemistry, and band bending at Ag- and In-(100) GaSb interfaces, *J. Vac. Sci. Technol.* **9** (1991) 2349.
- [6] Poole I., Lee M. E., Missous M. et Singer K. E., *In situ* Schottky contacts to molecular-beam epitaxially grown gallium antimonide, *J. Appl. Phys.* **62** (1987) 3988.
- [7] Walters S.A. et Williams R.H., Metals on cleaved gallium antimonide: Schottky barriers and interface reactions, *J. Vac. Sci. Technol. B* **6** (1988) 1421.
- [8] Bonnet J.J et Doukkali A., Work function variations of the Ag/GaSb(110) interface at room and low temperature, *J. Vac. Sci. Technol. A* **9** (1991) 2239.
- [9] Mao D., Kahn A. et Soonckindt L., Chemical and electronic properties of the Ag/GaSb (110) interface formed at room and low temperature, *Phys. Rev. B* **40** (1989) 5579.
- [10] Chye P.W., Lindau I., Pianetta P., Garner C. M., Su C. Y. et Spicer W. E., Photoemission study of Au Schottky-barrier formation of GaSb, GaAs, and InP using synchrotron radiation, *Phys. Rev. B* **18** (1978) 5545.
- [11] Mönch W., Virtual gap states and Fermi level pinning by adsorbates at semiconductor surfaces, *J. Vac. Sci. Technol. B* **4** (1986) 1085.
- [12] Lin X.W., Liliental-Weber Z., Washburn J., Piotrowska A. et Kaminska E., Structural characterisation of encapsulated Au/Zn/Au ohmic contacts to p- type GaAs., *Vac. Sci. Technol. B* **11** (1993) 44.
- [13] Piotrowska A., Kaminska E., Lin X. W., Liliental-Weber Z., Washburn J., Weber E., Adamczewska J., Kwiatkowski S. et Turos A., Annealing of Au(Te)/n-GaAs contacts, *J. Vac. Sci. Technol. B* **11** (1993) 572.
- [14] Murawala P.A. et Arora B.M., On The Barrier Height of Schottky Diodes on Au and n-GaSb, *Jpn. J. Appl. Phys.* **29** (1990) L2434.
- [15] Piotrowska A., Guivarc'h A. et Pelous G., Ohmic contacts to III-V compound semiconductors: a review of fabrication techniques, *Solid-State Electron.* **26** (1983) 179.
- [16] Tsai T.C., Williams R.S., Solid phase equilibria in the Au-Ga-As, Au-Ga-Sb, Au-In-As, and Au-In-Sb ternaries, *J. Mater. Res.* **1,2** (1986) 352.
- [17] Lince J. R. et Williams R.S., Comparison of chemically inert and reactive metal-compound-semiconductor interfaces: AuGa₂ and gold on GaSb (001), *Thin Sol. fi.* **137** (1986) 251.
- [18] Koshizaki N., Kudo K., Owari M., Nickei Y. et Kamada H., Structural and Chemical State Analysis of the heat-treated Au/GaSb(110) Interface by means of Angle-Resolved X-Ray Photoelectron Spectroscopy (ARXPS), *Jpn. J. Appl. Phys.* **19** (1980) 1349.

- [19] Bertru N., Nouaoura M., Bonnet J., Lassabatere L., Bedel E. et Munoz-Yague, UV and ozone cleaning of GaSb (100) surfaces prior to MBE growth, *Appl. Surf. Sci.* **68** (1993) 357.
- [20] Davis L.E., MacDonald N.C., Palmberg P.W., Riach G.E. et Weber R.E., Handbook of Auger Electron Spectroscopy (Physical Electronics Division, Perkin-Elmer Corporation 6509 Flying Cloud Drive, Eden Prairie, Minnesota) p. 55343.
- [21] Ludeke R., Surface studies on MBE-grown III-V compounds and alloys, *J. Vac. Sci. Technol.* **17** (1980) 1241.
- [22] Raisin C., Da Silva F. W. O. et Lassabatere L., Oxydation study by AES and EELS of GaSb (001) surfaces grown by MBE, *J. Vac. Sci. Technol. B* **8** (1990) 68.
- [23] Rouanet M., Nouaoura M., Bertru B., Bonnet J.J. et Lassabatere L., Etude en température de GaSb(100) sous flux de As₄, Journées Surfaces et Interface (Nancy 27 et 28 Janvier, 1994).
- [24] Lynch M.J. et Swan J.B., The characteristic loss spectra of the second and third series transition metals, *Aust. J. Phys.* **21** (1968) 811.
- [25] Da Silva F.W.O., Thèse de 3° cycle de Université Montpellier II (1990).
- [26] Meyer F. et Vrakking J.J., Quantitative aspects of AES, *Surface Sci.* **33** (1972) 271.
- [27] Argile C. et Rhead G.E., Thin film growth modes monitored by AES, *Surface Sci. Rep.* **10** (1989) 277.