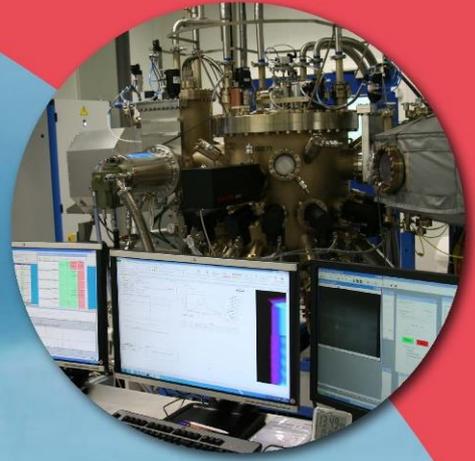


Toulouse, LAAS du 1^{er} au 3 octobre 2018 Atelier GDR CNRS Pulse Mesures in-situ pour le contrôle de la croissance épitaxiale



Session 1 : Méthodes optiques pour le suivi in-situ de la croissance

Véronique Bardinal (LAAS)

Contrôle in situ de la vitesse de croissance par réflectométrie

Grégory Abadias (Institut P' Poitiers)

Mesure in situ de la courbure: principe, limitations et étude de cas

Antoine Ronda (IM2NP)

Mesure in-situ de la température

Elena Popova (GEMAC)

Apports de l'ellipsométrie spectroscopique in situ pour la croissance et l'étude de propriétés de couches minces

Session 2 : Caractérisation in-situ par diffraction

Stéphane Andrieu (Univ. Lorraine)

La diffraction d'électrons en physique des surfaces

Paola Atkinson (INSP)

Diffraction d'atomes rapides en incidence rasante

Session 3 : contrôle des flux pendant la croissance

Guillaume Saint-Girons (INL)

Balance à quartz, spectrométrie de masse et par impact d'électrons

Dominique Vignaud (IEMN)

Mesures de flux in-situ en temps réel en épitaxie par jets moléculaire par spectroscopie d'absorption atomique modulée en longueur d'onde: application à des mesures de flux de gallium

Bilan

Alexandre Arnoult (LAAS)

Complémentarité des techniques d'analyse in-situ

+ Session Posters



TOULOUSE

LAAS-CNRS - UPR 8001

7, avenue du colonel Roche

31000 TOULOUSE

Inscription gratuite avant le 15 septembre 2018

<https://epicaracinsitu.sciencesconf.org/>

Comité d'organisation

Organisation de l'atelier:

Antoine Ronda (IM2NP), Alexandre Arnoult (LAAs), Guillaume Saint-Girons (INL)

Membres du bureau du GDR:

[Jean-Noël Aqua](#) (INSP - Paris), **coordinateur**

Michèle Amato (C2N - Orsay)

Yamina André (Institut Pascal, Aubière)

Alexandre Arnoult (LAAS - Toulouse)

Paola Atkinson (INSP - Paris)

[Isabelle Berbézier](#) (IM2NP - CNRS), **coordinatrice-adjointe**

Hélène Carrere (LPCNO, Toulouse)

Vincent Consonni (LMGP, Grenoble)

Yvon Cordier (CRHEA - Valbonne)

Charles Cornet (FOTON - Rennes)

Ludovic Desplanque (IEMM - Villeneuve d'Asq)

[Chantal Fontaine](#) (CNRS-LAAS), **coordinatrice-adjointe**

Noëlle Gogneau (C2N - Orsay)

Mathieu Jamet (CEA - INAC -Grenoble)

Patrick Lefèvre (CEA Saclay, Orsay)

Pierre Müller (CINAM - Marseille)

Olivier Pierre-Louis (ILM - Lyon)

Laurent Pizzagali (Institut Pprime - Poitiers)

Sébastien Plissard (LAAS, Toulouse)

Gilles Renaud (CEA, INAC, Grenoble)

Antoine Ronda (IM2NP - Marseille)

Guillaume Saint-Girons (INL - Ecully)

Vincent Sallet (GEMAC, Grenoble)

Fabrice Semond (CRHEA - Valbonne)

Holger Vach (Polytechnique - Palaiseau)

Philippe Vennéguès (CRHEA - Valbonne)

Dominique Vignaud (IEMN, Villeneuve d'Asq)

Xavier Wallart (IEMM – Villeneuve d'Asq)

Sponsors du GDR



Liste des participants

ABADIAS	Gregory	gregory.abadias@univ-poitiers.fr	Université de Poitiers -CNRS	Institut Pprime
Aing	Phannara	paing@riber.fr	RIBER	
Andrieu	Stéphane	stephane.andrieu@univ-lorraine.fr	Université de Lorraine	Institut Jean Lamour
Apreutesei	Mihai	mapreutesei@riber.fr	RIBER	
ARNOULT	Alexandre	aarnoult@laas.fr	CNRS	LAAS
Atkinson	Paola	atkinson@insp.jussieu.fr	CNRS	INSP
Bardinal	Véronique	bardinal@laas.fr	CNRS	LAAS-CNRS
Benjamin	Damilano	bd@crhea.cnrs.fr	CNRS	CRHEA
BERNARD	rozenn	rozenn.gautheron-bernard@insa-rennes.fr	INSA de Rennes	Institut FOTON - équipe OHM
Botella	claudie	claudie.botella@ec-lyon.fr	CNRS	Institut des Nanotechnologies de Lyon
CHEVALIER	Nicolas	nicolas.chevalier@insa-rennes.fr	INSA de Rennes	FOTON
COINON	Christophe	christophe.coinon@iemn.univ-lille1.fr	CNRS	IEMN
Cornille	Clara	clara.cornille@laas.fr	LAAS-CNRS	LAAS-CNRS
Fontaine	Chantal	chantal.fontaine@laas.fr	CNRS	LAAS
GERARD	Patrick	patgerard@riber.fr	RIBER	
HERAULT	QUENTIN	quentin.herault@saint-gobain.com	Université Pierre et Marie Curie	Institut des NanoSciences de Paris - Equipe Oxydes en basses dimensions
Lefebvre	Denis	dle@crhea.cnrs.fr	CNRS	CRHEA
Legagneux	Pierre	pierre.legagneux@thalesgroup.com	Thales R&T	NANOCARB
MATTA	Samuel	smatta@riber.fr	RIBER	
Morassi	Martina	martina.morassi@c2n.upsaclay.fr	CNRS	C2N
Plissard	Sébastien	sebastien.plissard@laas.fr	CNRS	LAAS
Ponchet	Anne	anne.ponchet@cemes.fr	CNRS	CEMES
Popova	Elena	popova@physique.uvsq.fr	UVSQ	GEMAC
regreny	philippe	philippe.regreny@ec-lyon.fr	UMR5270 CNRS	INL
roncin	philippe	philippe.roncin@u-psud.fr	CNRS	institut des sciences moleculaires d'orsay
ronda	antoine	antoine.ronda@im2np.fr	CNRS	IM2NP
Rousseau	Youri	yrousseau@riber.fr	RIBER	
Saint-Girons	Guillaume	guillaume.saint-girons@ec-lyon.fr	CNRS	INL
Vignaud	Dominique	dominique.vignaud@univ-lille1.fr	CNRS	IEMN
Voronkoff	Justine	justine.voronkoff@saint-gobain.com	Université Pierre et Marie Curie (UPMC)	Unité mixte SGR/CNRS Surface du Verre et Interfaces

Programme de l'atelier

lundi 1 octobre 2018

HEURES	ÉVÉNEMENT
12:30 - 14:00	Accueil - (pas de déjeuner)
14:00 - 15:30	Contrôle in-situ de la vitesse de croissance par réflectométrie - Veronique bardinal (LAAS)
15:30 - 16:00	Pause café
16:00 - 17:30	Mesure in-situ de la courbure : principe, limitations et étude de cas - Grégory Abadias (Institut P')
17:30 - 19:00	Session posters I

mardi 2 octobre 2018

HEURES	ÉVÉNEMENT
09:00 - 10:30	Mesure in-situ de la température - Antoine Ronda (IM2NP)
10:30 - 11:00	Pause café
11:00 - 12:30	Apports de l'éllipsométrie spectroscopique in situ pour la croissance et l'étude de propriétés de couches minces - Elena Popova (GEMAC)
12:30 - 14:00	Déjeuner
14:00 - 15:30	La diffraction d'électrons en physique des surfaces - Stéphane Andrieu (Institut Jean Lamour)
15:30 - 16:00	Pause café
16:00 - 17:30	Diffraction d'atomes rapides en incidence rasante - Paola Atkinson (INSP)
17:30 - 19:00	Session posters II
20:00 - 22:00	Diner - Restaurant

mercredi 3 octobre 2018

HEURES	ÉVÉNEMENT
09:00 - 10:30	Balance à quartz, spectrométrie de masse et par impact d'électrons - Guillaume Saint-Girons (INL)
10:30 - 11:00	Pause café
11:00 - 12:30	Mesures de flux in-situ en temps réel en épitaxie par jets moléculaire par spectroscopie d'absorption atomique modulée en longueur d'onde: application à des mesures de flux de gallium - Dominique Vignaud (IEMN)
12:30 - 14:00	Déjeuner
14:00 - 15:30	Cours bilan/complémentarité des techniques d'analyse in-situ - Alexandre Arnoult (LAAS)
15:30 - 16:00	Fin de l'atelier - Départ des participants

Résumés des présentations invitées

Contrôle in situ de la vitesse de croissance par réflectométrie

Véronique Bardinal

LAAS-CNRS, 7 avenue du Colonel Roche, BP 54200 31031 Toulouse cedex 4, France

bardinal@laas.fr

La réflectométrie *in situ* est une technique simple de contrôle optique couramment employée pour mesurer en temps réel la vitesse de croissance épitaxiale, notamment en milieu industriel. Après une brève introduction sur les motivations qui ont conduit à son développement dans les années 90, nous détaillerons son principe, ainsi que ses avantages et ses limites d'utilisation. Nous discuterons en particulier de l'intérêt d'utiliser une source multi-longueur d'onde pour la réalisation précise de structures multicouches verticales III-V de type laser VCSEL. Nous présenterons enfin les dernières avancées de cette méthode concernant le monitoring de la croissance de puits ou de boîtes quantiques, le suivi de l'état de surface ou encore du niveau de dopage.

Mesure *in situ* de la courbure : principe, limitations et étude de cas

Grégory Abadias

Institut Pprime, SP2MI Téléport 2, 86962 Futuroscope-Chasseneuil

gregory.abadias@univ-poitiers.fr

La mesure optique *in situ* de la variation de courbure du substrat sur lequel un film mince croît permet de remonter à l'état de contrainte biaxial du film avec une sensibilité de l'ordre de la monocouche atomique ; elle apporte en outre des informations précieuses sur le mode de croissance des films et permet de mettre en évidence des changements structuraux liés par exemple à des reconstructions de surface, un changement de phase ou encore des effets de mélange chimique. Elle s'applique aussi bien à l'étude des matériaux cristallins ou amorphes.

Dans le cadre de ce cours, le principe de la mesure de courbure de plaque par déflexion d'un multi-faisceau laser sera exposé, en prenant soin de décrire les hypothèses du formalisme, ses limitations et sa mise en œuvre expérimentale. Des illustrations seront données dans le cas de la croissance épitaxiale de films monocristallins mais aussi lors de la croissance de films polycristallins. Enfin, l'intérêt de coupler cette technique avec d'autres diagnostics *in situ* et en temps réel sera discuté.

Mesure in situ de la température

Antoine Ronda

IM2NP UMR7334, Campus scientifique de Saint-Jérôme, Avenue Escadrille Normandie-Niemen, case 142, 13397 Marseille cedex 20

antoine.ronda@im2np.fr

La température du substrat est un paramètre majeur pour le contrôle de la croissance épitaxiale, avec une influence critique sur les processus atomiques de surface mis en jeu, sur les mécanismes de croissance et de relaxation et la morphologie des couches ou nanostructures, l'incorporation et le profil des dopants, ... Les problématiques sur la mesure de température sont nombreuses. D'une part les contraintes techniques sont sévères : géométries imposées pour les dépôts, rotation des substrats en croissance, environnement de vide ou ultra-vide... D'autre part les matériaux, structures et procédés mis en jeu sont variés : présence d'hétérostructures et d'interfaces, couches et substrats de différentes natures et propriétés radiatives, surfaces à motifs, domaines de température variables... La nécessité du caractère non-invasif et sans contact de la mesure de température conduit à l'utilisation de techniques optiques. La disponibilité d'une technique versatile et « universelle » pouvant répondre à l'ensemble des contraintes et besoins exprimés reste délicate. Cette présentation concernera quelques éléments de base sur la problématique de la pyrométrie optique usuellement utilisée dans les réacteurs d'épitaxie, ainsi que sur différentes méthodes optiques alternatives mises en œuvre pour la mesure et le contrôle de la température en cours de croissance épitaxiale.

Apports de l'ellipsométrie spectroscopique in situ pour la croissance et l'étude de propriétés de couches minces

Elena Popova, Bruno Berini, Niels Keller

GEMaC-UVSQ, Bâtiment Fermat, 45 avenue des Etats-Unis, 78035 Versailles Cedex

olena.popova@uvsq.fr

L'ellipsométrie spectroscopique est un outil de caractérisation de matériaux très versatile et non-destructif. En effet, en mesurant le changement de l'état de la polarisation de la lumière après sa réflexion sur une surface d'un milieu, on peut déterminer les caractéristiques optiques, électroniques et morphologiques dudit milieu. L'ellipsomètre in situ permet de suivre la croissance de couches minces ou des hétérostructures en temps réel et remonter aux indices optiques, aux épaisseurs, à la rugosité, ou alors avoir accès aux propriétés électroniques de matériaux par utilisation de modèles adaptés.

Dans le cadre de cet atelier, nous allons expliquer le principe de la mesure ellipsométrique et son interprétation, ainsi que l'implémentation d'un ellipsomètre sur une chambre de croissance. Ensuite, plusieurs exemples concrets d'applications de l'ellipsométrie in situ dans le domaine des couches minces de semi-conducteurs ou d'oxydes fonctionnels seront évoqués. En particulier, nous nous intéresserons aux études réalisées autour de transitions de phase dans des couches minces. Enfin, les avantages et les inconvénients de cette technique avancée de caractérisation de matériaux seront discutés.

La diffraction d'électrons LEED et RHEED

Stéphane Andrieu

Institut Jean Lamour, Université de Lorraine / CNRS, 2 allée A. Guinier 54000 NANCY

stephane.andrieu@univ-lorraine.fr

Alors qu'un grand nombre de techniques de croissance s'opère sous vide poussé, l'utilisation d'un faisceau d'électrons monocinétiques et cohérents permet de réaliser des expériences de diffraction afin d'obtenir des informations sur l'état cristallin du dépôt étudié. Deux techniques existent : la diffraction d'électrons lents, le LEED (Low Energy Electron Diffraction) et la diffraction d'électrons rapides en incidence rasante, le RHEED (Reflection High Energy Electron Diffraction). Le principe de fonctionnement de ces 2 techniques est présenté ici, ainsi que leur spécificité propre. Il est communément considéré que ces techniques sont dédiées à l'étude de films minces monocristallins, aussi nous concentrerons l'exposé sur ce type de dépôt dit épitaxié. Néanmoins, nous verrons que la diffraction d'électrons peut également être d'une aide précieuse dans le cas de dépôts polycristallins, alors qu'elle est peu utilisée dans ce cas. Nous expliquerons pourquoi le RHEED peut s'effectuer en cours de croissance, alors que le LEED non. Pour cette raison, le RHEED prendra une part beaucoup plus importante que le LEED dans ce cours.

Le principe général de la diffraction d'électrons sur une surface sera exposé dans un premier temps, ce qui permettra de comprendre les dispositifs utilisés. Les caractéristiques propres et différentes du LEED et du RHEED (longueur d'onde, cohérence, obtention du réseau réciproque) sont ensuite analysées. S'en suivront de nombreux exemples sur des surfaces monocristallines présentant des ordres cristallins et chimiques variés, jusqu'à l'impact de réseaux de dislocations sur les images. Mais nous verrons aussi que ces techniques peuvent être très utiles pour des dépôts / surface désordonnées (amorphe, polycristal). Enfin, les apports nombreux du suivi in situ en RHEED en cours de croissance seront examinés, comme les oscillations de RHEED, la variation du paramètre dans le plan, la taille et la densité des îlots 2D.

Grazing Incidence Fast Atom Diffraction for in-situ monitoring of growth and surfaces

Paola Atkinson

Institut des NanoSciences de Paris, CNRS UMR 7588, Sorbonne Université 4 place Jussieu, boîte courrier 840 - 75252 PARIS Cedex 05

atkinson@insp.jussieu.fr

Although scattering of fast atoms and ions from surfaces at grazing incidence angle has been studied for several decades [1], *diffraction* of fast atoms from surfaces under grazing incidence was only first demonstrated in 2006 [2],[3]. However, there are strong similarities between grazing incidence fast atom diffraction (GIFAD) and its better known electron diffraction counterpart – Reflection High Energy Electron Diffraction (RHEED). Firstly, the grazing incidence geometry means that they are both fully compatible with thin film growth, and GIFAD (patented in 2006 by ISMO, currently marketed by Prevac) is as simple to implement in a standard MBE chamber, as shown in figure 1a). Secondly they both allow rapid determination of the symmetry and lattice constant of the surface reconstruction [4], and simple measurement of the layer-by-layer growth rate [5].

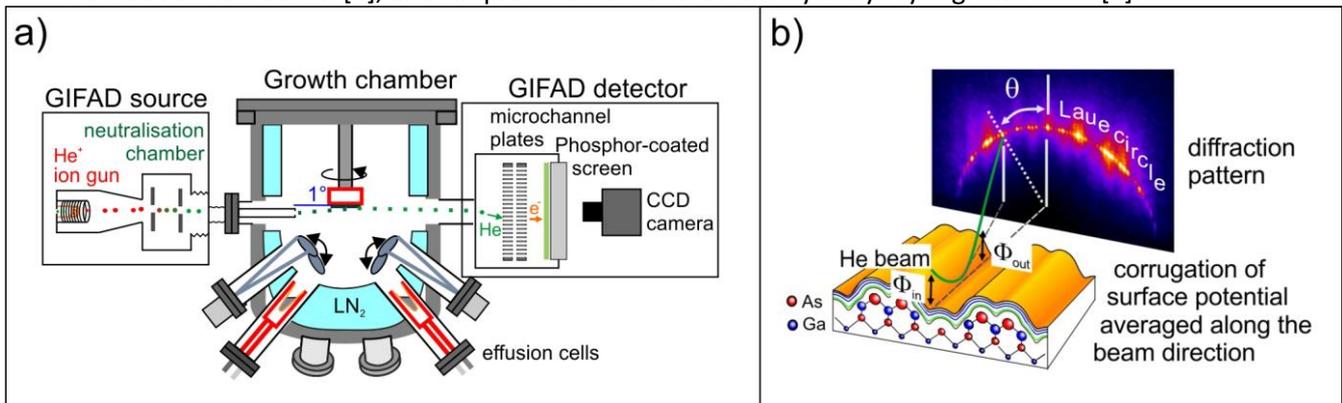


Figure 1 : Schematic of **a)** MBE chamber with GIFAD source and detector **b)** scattering of a He beam incident on the GaAs (100) $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ (2×4) surface along the [-110] direction.

Fast atom diffraction, shown in figure 1b) is conceptually rather simple. Atom scattering is basically the deflection of a probe atom due to interaction between the electron cloud of the probe atom with the electron cloud of a target atom on the surface. Due to surface reconstruction, a sample surface can be considered as consisting of parallel grooves, or channels, running along low index crystallographic directions. These grooves effectively act as a reflection grating for the probe beam.

The shallow incidence angle used in GIFAD means that to a good approximation the motion parallel and perpendicular to the surface can be decoupled. The fast motion parallel to the surface results in the probe atom sensing the *average* of all the surface atoms' potentials along its trajectory i.e. the corrugation of the grating is the average of the surface atomic potential along the beam direction. The diffraction pattern can then be considered as resulting from scattering of the slow motion perpendicular to the surface (corresponding to a wavelength of $\sim 0.5 \text{ \AA}$ for a $\sim 1 \text{ keV}$ beam at 1° incidence) from this « grating ». This averaging of the surface potential makes the diffraction process robust to thermal fluctuations, as shown by the clarity of the diffraction pattern from a substrate at 600°C .

In this talk I will give details of how GIFAD can be implemented in semiconductor epitaxy and will discuss its advantages (and disadvantages) compared to the more commonly used RHEED. I will show how we can use it to determine surface reconstructions [4] and to monitor layer-by-layer growth,[5] and then discuss what additional information it can provide about terrace length and surface disorder, 3D growth and mosaicity [6]. Finally I will show how GIFAD can provide information about the growth and epitaxial alignment of less conventional semiconductor thin films such as 2D

materials [7] and organic molecular thin films [8] and will discuss some of the remaining challenges for the technique.

References

- [1] *Collisions of atoms and ions with surfaces under grazing incidence*, H. Winter, Physics Reports **367** 387-582 (2002)
- [2] *Diffraction of fast atomic projectiles during grazing scattering from a LiF (001) surface*, A. Schüller, et al, Phys. Rev. Lett. **98** 016103 (2007)
- [3] *Quantum scattering of fast atoms and molecules on surfaces*, P. Rousseau, et al, Phys. Rev. Lett. **98** 016104 (2007)
- [4] *Combined experimental and theoretical study of fast atom diffraction on the b_2 (2×4) reconstructed GaAs(001) surface*, M. Debiossac, et al, Phys. Rev. B **90** 155308 (2014)
- [5] *Dynamic grazing incidence fast atom diffraction during molecular beam epitaxial growth of GaAs*, P. Atkinson, et al. Appl. Phys. Lett. **105** 021602 (2014)
- [6] *High resolution imaging of superficial mosaicity in single crystals using grazing incidence fast atom diffraction*, B. Lalmi, et al., J. Phys. Condens. Matter **24** 442002 (2012)
- [7] *Helium diffraction on SiC grown graphene: Qualitative and quantitative descriptions with the hard-corrugated-wall model*, M. Debiossac, et al, Phys. Rev. B **94**(20), 205403 (2016)
- [8] *Ultrafast Crystallization Dynamics at an Organic-Inorganic Interface Revealed in Real Time by Grazing Incidence Fast Atom Diffraction*, A. Momeni, et al., J Phys Chem Lett, **9**(4), 908–913 (2018)

Mesure des flux pendant la croissance épitaxiale : balance à quartz, spectrométrie de masse, spectrométrie par impact d'électrons

Guillaume Saint-Girons, Romain Bachelet, Philippe Regreny, Claude Botella, Jean-Baptiste Goure

INL-UMR5270/CNRS/ECL, 26 avenue Guy de Collongue, 69134 Ecully cedex France

guillaume.saint-girons@ec-lyon.fr

Les causes de dérive de la vitesse de croissance dans les réacteurs d'épitaxie par jets moléculaires sont nombreuses, et limitent dans certain cas le contrôle des matériaux épitaxiés. Il est donc parfois intéressant de mettre en œuvre des outils permettant de mesurer les vitesses de croissance pendant la croissance, afin de pouvoir évaluer leur stabilité et le cas échéant mettre en œuvre des systèmes de rétroaction adaptés.

Dans cette contribution, nous passerons en revue les principales techniques permettant de mesurer les flux émis sous ultra-vide dans des réacteurs d'épitaxie par jets moléculaires pendant la croissance, à savoir la balance à quartz, la spectrométrie de masse et la spectrométrie par impact d'électrons. Dans chacun des cas, nous décrirons le principe de la mesure, nous aborderons les aspects liés à la mise en œuvre expérimentale et nous évaluerons les performances des systèmes mis en œuvre (sensibilité, stabilité, sélectivité chimique, influence de l'ambiance) en se basant sur un exemple particulièrement complexe, à savoir le contrôle de faibles flux de Ti émis par un canon à électrons dans une ambiance d'oxygène.

Mesures de flux in situ en épitaxie par jets moléculaires par spectroscopie d'absorption atomique modulée en longueur d'onde: application à la mesure d'un flux de gallium

Dominique Vignaud

IEMN-UMR8520, Cité Scientifique, Avenue Henri Poincaré, CS 60069, 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex, France

dominique.vignaud@univ-lille1.fr

Le problème de la mesure des flux en épitaxie par jets moléculaires est apparu dès les premières réalisations d'hétérostructures III-V. En fait, la question se pose dès que l'on veut réaliser des couches très fines et/ou des alliages pour lesquels la composition est critique (par exemple, afin de maîtriser le désaccord de maille par rapport au substrat). Les techniques actuellement employées ne peuvent être utilisées pendant la croissance et ne peuvent discriminer les différentes espèces atomiques. Un système optique, basé sur des mesures d'absorption atomique modulée en longueur d'onde, a été développé et testé pour un flux de gallium. Plus précisément, le cœur du système est une diode laser montée en cavité étendue et couplée à un étalon Fabry-Pérot qui assure une régulation active de longueur d'onde. Ce montage est indispensable pour obtenir la finesse de raie, l'accordabilité et la stabilité en longueur d'onde.

A partir du spectre d'absorption mesuré, il est possible de calculer les paramètres essentiels de la modulation en longueur d'onde (valeur moyenne, amplitude de balayage) en fonction de l'harmonique de détection choisie et de comparer aux mesures expérimentales. La dépendance du signal avec l'intensité du flux de photons a également été étudiée. Nous avons pu montrer un effet de saturation de l'absorption, expliqué par la contribution de transitions stimulées à fort flux dans un modèle simplifié à trois niveaux. Les variations du signal d'absorption atomique modulée ont enfin été étudiées en fonction du flux d'atomes, c'est-à-dire de la température de la cellule. Ces mesures sont parfaitement corrélées avec des mesures absolues de vitesse de croissance par oscillations d'intensité du signal RHEED. Il en résulte que des flux aussi faibles que 0.01 monocouches/s peuvent être détectés. L'optimum de mesure en termes de rapport signal-sur-bruit est l'harmonique 4 ou 6. Il résulte d'un compromis entre la réduction de la composante de bruit basse fréquence et de l'augmentation de la contribution de la source modulée quand on augmente l'harmonique détectée.

Cours bilan/complémentarité des techniques d'analyse in-situ

Alexandre Arnoult

LAAS-CNRS, 7 avenue du Colonel Roche, BP 54200 31031 Toulouse cedex 4, France

aarnoult@laas.fr

Lors de la mise au point d'une croissance, ou lors de sa réalisation, des paramètres critiques peuvent dériver ou fluctuer. Les différents outils présentés lors de l'atelier permettent d'obtenir des informations importantes en temps réel sur les paramètres de croissance, comme par exemple la température du substrat, la concentration d'un alliage ou une vitesse de croissance. Cependant, ces mesures sont souvent interdépendantes, et des hypothèses doivent être posées afin d'obtenir une information souvent partielle. Le plus souvent, c'est l'autopsie de la croissance, réalisée grâce à des analyses ex-situ (DRX, MEB, MET, SIMS,...) qui permet de trancher, et de faire un retour pour les croissances suivantes.

Lors de cette présentation, nous verrons comment certaines mesures peuvent se révéler complémentaires, et comment on obtient des informations fiables en combinant plusieurs techniques. L'idée sous-jacente est de parvenir à une vision assez fine de la croissance pour modifier en temps réel les paramètres de croissance, et obtenir plus rapidement l'empilement souhaité sans passer systématiquement par des analyses ex-situ. Utiliser différentes techniques peut aussi aider à la compréhension de mécanismes de croissances complexes, dont nous verrons un exemple concret avec l'alliage GaAsBi sur GaAs.

Résumés des posters

Mesures *in situ* résolues spatialement avec une caméra CCD de la vitesse de croissance et de sublimation de GaN

B. Damilano, D. Lefebvre, B. Poulet, S. Vézian, J. Massies

CRHEA-CNRS, Rue B. Gregory, 06560 Valbonne

bd@crhea.cnrs.fr

Les systèmes de réflectométrie utilisant une source laser sont largement répandus pour la mesure des vitesses de croissance lors de l'épitaxie de couches cristallines. La condition nécessaire est d'avoir un matériau transparent à la longueur d'onde du laser et un substrat avec un indice optique différent du matériau épitaxié. Ces systèmes sont très efficaces mais permettent uniquement d'avoir une information sur la vitesse de croissance en un point donné de l'échantillon correspondant à la position du spot laser. De plus la géométrie de la chambre de croissance doit permettre de récupérer le signal laser, ce qui n'est pas forcément possible dans certains cas. Une solution alternative est d'utiliser comme source lumineuse le rayonnement thermique du four de croissance et comme détecteur une caméra CCD. Un filtre passe-bande est placé devant la caméra de manière à sélectionner une plage de longueur d'onde suffisamment étroite pour permettre de détecter des variations d'intensité en fonction de l'épaisseur de la couche déposée. L'avantage de ce système par rapport à la réflectométrie utilisant une source laser est qu'il offre la possibilité de cartographier en temps réel la vitesse de croissance en utilisant chaque pixel de la caméra. Nous montrerons l'utilisation de ce système appliqué à la mesure de la vitesse de croissance et de sublimation de couches de GaN sur substrat silicium ou saphir.

Système d'analyse RHEED adapté au contrôle de la croissance de couches minces d'oxydes fonctionnels et de nanofils III-V

C. Botella, M. Bouras, T. Dursap, D. Han, M. Vettori, R. Bachelet, J. Penuelas, M. Gendry, G. Saint-Girons

INL-UMR5270/CNRS, site ECL, 36 av. Guy de Collongue 69134 Ecully, France

claude.botella@ec-Lyon.fr

La diffraction RHEED (Reflection High Energy Electron Diffraction) est la principale technique d'analyse pour suivre en temps réel l'évolution d'une croissance épitaxiale de couches minces réalisée dans un réacteur d'épitaxie par jets moléculaires. Cette technique permet d'obtenir des informations sur l'état de la surface de la couche, sur sa qualité cristalline, son éventuelle relaxation et sur sa vitesse de croissance (mesure des oscillations RHEED).

L'équipe Hétérotépitaxie et Nanostructures de l'INL développe une forte activité dans le domaine de la croissance épitaxiale de couches minces d'oxydes fonctionnels de structure pérovskite et de nanofils semi-conducteurs III-V. D'une part, les oxydes fonctionnels sont caractérisés par une vitesse de croissance lente et un signal bruité et, d'autre part, les nanofils III-V nécessitent une analyse des taches de diffraction hors plan. Dans ce contexte, nous avons développé un logiciel permettant d'étudier finement le diagramme de diffraction RHEED de ces matériaux. Ce logiciel permet de suivre les variations d'intensités de la tache spéculaire avec des périodes d'oscillations RHEED inférieures à la seconde et pouvant aller jusqu'à plusieurs heures. Il permet aussi de mesurer avec précision les variations d'intensité de tâches de diffraction et les variations du paramètre de maille (dans le plan ou hors plan). Ainsi, nous avons montré qu'il était possible de contrôler la structure cristalline de nanofils de GaAs autocatalysés, entre une phase Wurtzite et une phase Zinc-Blende, en couplant l'analyse RHEED avec des modulations des flux de Gallium ou d'Arsenic pendant la croissance de ces nanofils.

