

Beamline: BM32	Date of experiment: from: 09/03/05 (7h00) to: 14/03/05 (7h00)	Date of report: 28/09/05 <i>Received:</i>
Shifts: 15 allocated	Local contact(s): J.S. Micha, O. Robach, F. Rieutord	
Names and affiliations of applicants (* indicates experimentalists): <i>Joël Eymery*</i> , <i>Olivier Gourhant*</i> , CEA/Grenoble, Département de Recherche Fondamentale sur la Matière Condensée /SP2M/PSC, bât. C5, 17 Rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9, France. <i>Erik Bakers</i> , Electronic Materials & Devices, Philips Research Laboratories, Prof. Holstlaan 4 (WAG 12), 5656 AA Eindhoven. <i>Jeunghye Park</i> , Seoul, Korea University.		

• **Objectif de l'expérience :** Nous avons mesuré les déformations dans des nanofils de semi-conducteurs par diffraction de rayons X. Ces matériaux, en forte expansion au niveau international, permettent de développer des études physiques fines de confinement 1D en s'appuyant sur les connaissances obtenues dans le cadre des études de boîtes quantiques. Ces matériaux sont aussi à la base de nouvelles applications technologiques (déjà validées) en électronique, optoélectronique, et dans le domaine des capteurs. Les aspects de relaxation élastique dans des fils simples ou des hétérostructures jouent un rôle primordial dans l'interprétation et le contrôle des propriétés physiques de part l'importance des surfaces libres par rapport au volume. Pour mesurer une relaxation élastique, grâce à des méthodes conventionnelles de rayons X en incidence rasante, il faut disposer d'échantillons bien épitaxiés par rapport au substrat de référence. Nous devions obtenir ce type d'échantillon de l'université de Lund (Suède), mais il n'a pas été possible d'avoir une densité suffisante et homogène de fils bien épitaxiés pour réaliser ces expériences. Nous avons néanmoins pu obtenir plusieurs autres types de fils en collaboration avec l'université de Séoul et Philips Eindhoven. Ces échantillons étaient suffisamment denses mais ne présentaient pas une orientation bien définie par rapport à la surface. L'étude de leur texture s'est alors avérée être un paramètre déterminant. Schématiquement, le degré de texture détermine la possibilité d'appliquer la méthode « $\sin^2 \Psi$ » en incidence rasante qui permet d'accéder au tenseur complet des déformations du matériau.

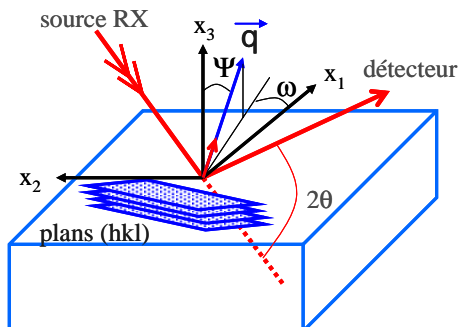


Fig. 1 Géométrie et notations utilisées dans ces expériences. La déclinaison des plans hkl est appelée Ψ .

Expériences réalisées : Nous avons réalisé principalement trois types de mesures à une longueur d'onde de 0.14 nm (voir Fig. 1 pour les notations). (i) Des balayages classiques (appelés « diagrammes de poudre » dans la littérature) en variant β à incidence fixée (un degré, par exemple). (ii) Des balayages en ω (on fait tourner l'échantillon autour de sa normale) sur une réflexion donnée afin d'étudier la texture des échantillons. (iii) Des balayages en β à incidence fixée (un degré, par exemple) et à déclinaison Ψ fixée pour pouvoir appliquer la méthode « $\sin^2 \Psi$ ». Notons que pour garder une déclinaison constante lors d'un balayage en β , il est nécessaire de changer à la fois les mouvements de l'échantillon et du détecteur. Ceci était rendu possible par l'utilisation d'un programme nommé « Texaz » [1] : celui-ci calcule l'évolution des angles ϕ , δ et ω de GMT pour réaliser le balayage en β tout en satisfaisant la condition : $\Psi = \text{cste}$.

Trois types d'échantillons, avec trois types de textures différentes, ont été étudiés.

Les fils de **GaN** (Univ. Séoul) ont montré une texture très faible. La structure est Wurtzite comme l'indiquent l'indexation des balayages (i). Les balayages de type (ii) sur plusieurs réflexions montrent que les nanofils sont orientés quasiment de manière isotrope dans l'espace. Cela est en accord avec des expériences de microscopie électronique à balayage haute résolution (voir Fig. 2). L'analyse des déplacements des différents pics de Bragg en fonction de Ψ (voir Fig. 3) permet de déduire les déformations ϵ_{hkl} (voir Fig. 4). On constate que les valeurs des déformations varient d'une réflexion à une autre mais aussi qu'elles convergent, à déclinaison constante, vers des valeurs identiques lorsque l'ordre de réflexion augmente. La sensibilité s'améliore avec l'angle de diffraction et des barres d'erreur peuvent être estimées. Dans le cas de l'échantillon présenté, les valeurs de déformations des réflexions (200), (112) et (201) sont très voisines. Si l'on introduit la notion de « fil moyen » qui intègre à la fois les fluctuations de taille, de forme (sections triangulaire ou hexagonale), les relaxations élastiques dues aux surfaces libres ainsi que les courbures, alors on peut appliquer complètement la méthode « $\sin^2 \Psi$ ».

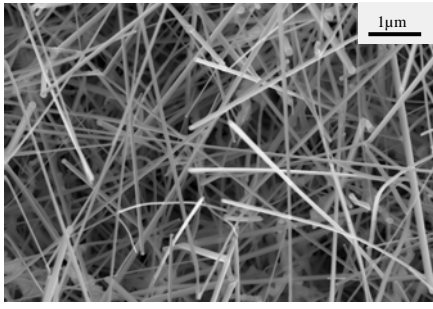


Fig. 2 Fils de GaN observés par MEB.

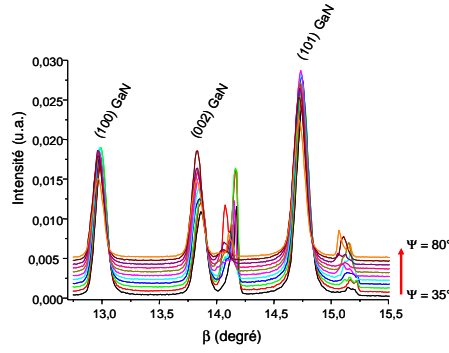


Fig. 3 Courbes représentant ε_{hkl} en fonction de $\sin^2\Psi$ pour un échantillon de nanofils en GaN.

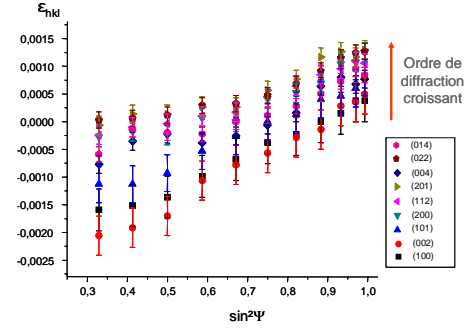


Fig. 4 Courbes représentant ε_{hkl} en fonction de $\sin^2\Psi$ pour un échantillon de nanofils en GaN.

On peut montrer quantitativement que les fils sont soumis à une tension dans le plan orthogonal à l'axe de croissance moyen et à une compression selon l'axe de croissance moyen. Un autre échantillon dopé en manganèse (intéressant pour ses propriétés ferromagnétiques et aussi étudié en EXAFS) semble favoriser la création de défauts structuraux. Ces derniers et/ou le dopage Mn lui-même participent alors à la relaxation d'une partie des contraintes.

L'étude d'échantillons composés d'hétérostructures radiales en **InP/GaP** (Philips) (voir Fig. 5,6) a montré qu'ils étaient fortement texturés. Des orientations préférentielles sont apparues clairement avec une périodicité angulaire proche de 90 degrés (voir Fig. 7). La méthode « $\sin^2\Psi$ » n'est ici plus applicable en raison du nombre très limité de directions exploitables. Cependant, les déformations qui ont pu être mesurées étaient très faibles (inférieures à 1%), ce qui atteste d'une contrainte peu élevée dans les directions sondées.

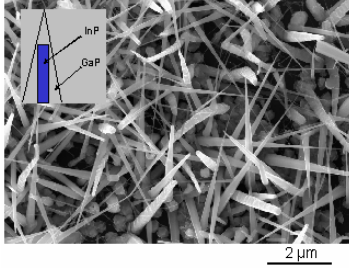


Fig. 5 Image MEB d'une hétérostructure radiale InP/GaP (voir inset).

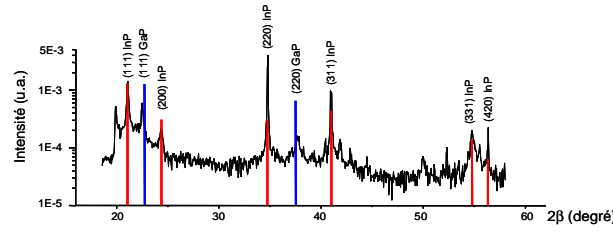


Fig. 6 Diagramme de poudre réalisé sur l'échantillon de nanofils en InP/GaP ($\lambda = 1,24 \text{ \AA}$, incidence = 1 deg.).

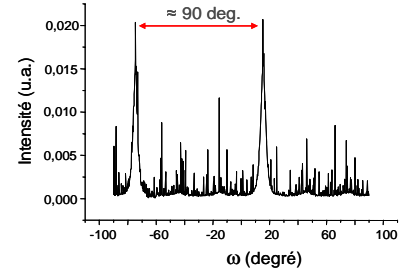


Fig. 7 Balayage en ω sur la raie (220) de l'InP ($\lambda = 1,24 \text{ \AA}$, incidence = 1 deg.).

Enfin, les échantillons composés d'hétérostructures longitudinales **GaP/GaAs (50 nm)/GaP** (Fig. 8,9) ont présenté une faible texture qui empêche la détermination complète du tenseur de déformations. La croissance de ce type de fils est se fait selon des plans (111) orthogonaux à l'axe de croissance (Fig. 9). La déformation moyenne des plans (111) GaP vaut $0,41 \pm 0,26 \%$, pour GaAs, elle est de $-0,24 \pm 0,27 \%$ (les erreurs relatives sont très importantes compte tenu de la faible intensité du signal et des hétérogénéités dans l'échantillon : orientation, taille, courbure..., voir Fig. 10).

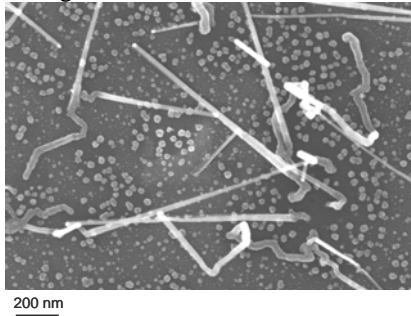


Fig. 8 Image MEB d'une hétérostructure radiale GaP/GaAs/GaP (voir inset).

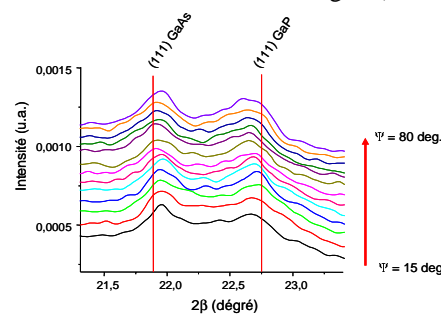


Fig. 9 Diagrammes Texax effectués pour des déclinaisons comprises entre 15 et 80 degrés ($\lambda = 1,24 \text{ \AA}$, $\eta = 1 \text{ deg.}$).

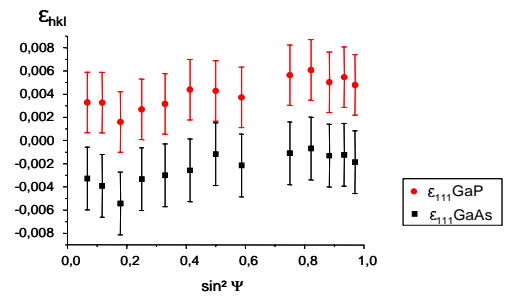


Fig. 10 Evolution de $\varepsilon_{111} \text{ GaP}$ et $\varepsilon_{111} \text{ GaAs}$ en fonction de $\sin^2\Psi$.

Dans ce cas de figure, on n'a accès qu'à la déformation longitudinale que nous sommes en train de relier à des calculs de relaxation radiale.

Conclusions et poursuite des études : Grâce à ces mesures concernant le système **GaN**, nous avons montré que la méthode « $\sin^2\Psi$ » pouvait être efficace pour connaître précisément l'état de déformation d'une assemblée de nanofils très peu texturée. Il apparaît clair de par l'ensemble des données collectées (non présentées ici) que l'interprétation classique que l'on trouve dans la littérature n'est pas du tout rigoureuse pour quantifier les déformations. Une analyse en déclinaison est dans tous les cas nécessaire, même si on n'a pas de texture. L'effet de texture a pu être estimé avec les matériaux **InP/GaP** et **GaP/GaAs** qui présentaient des hétérostructures radiales et longitudinales. L'ensemble de ces résultats a contribué au DEA d'Olivier Gourhant et devrait donner lieu à publication. Le cas le plus intéressant, celui où les nanofils auraient une relation d'épitaxie avec le substrat, reste à explorer et sera le sujet d'une demande de temps pour une prochaine expérience. Pendant cette année, nous avons pu développer des modèles d'élasticité continue simulant les hétérostructures de nanofils de semi-conducteurs qui devraient être utiles pour l'analyse quantitative des données.

[1] O. Sicardy, I. Touet, F. Rieutord, J. Eymery, *Stress measurements in thin zirconia films at 300°C using synchrotron radiation*, J. Neutron Res. 9 (2001) 263.