



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



**UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN**

# MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

Pour l'obtention du diplôme de :

**MASTER EN PHYSIQUE**

Spécialité : Physique Energétique et Energies Renouvelables

Par :

**RAHAL Youssouf**

Sur le thème

---

**Caractérisation de deux couches d'AlGaN l'une dopée n et l'autre dopée p par la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à balayage**

---

Soutenu publiquement le 20/06/2024 à Tlemcen devant le jury composé de :

Mr AMARA Sofiane	Professeur	Université de Tlemcen	Président
Mr BAGHDADLI Tewfik	Maître des conférences A	Université de Tlemcen	Encadrant
Mr KARAOUZENE Lotfi Ibrahim	Maître des conférences A	Université de Tlemcen	Examineur

*Année Universitaire 2023~2024*

---

# Remerciements

---

Ce mémoire a été réalisé au sein, de l'Unité de Recherche Matériaux et Energie Renouvelables-URMER, Département de Physique, Faculté de Sciences, Université Abou Bekr-Belkaid Tlemcen.

Avant tout, je remercie très fort mon Dieu, **ALLAH** le tout-puissant, de m'avoir donné le courage, la volonté et la patience de mener à terme ce présent travail.

En préambule à ce mémoire, je souhaite adresser mes remerciements les plus sincères à mon encadrant, Mr. BAGHDADLI Tewfik, Maître de conférences « A » à l'Université de Tlemcen, pour avoir accepté d'encadrer ce mémoire, pour son soutien, sa disponibilité, et ses encouragements, qui m'ont été très utiles pour mener à bien ce travail. Je le remercie très profondément.

Je remercie également le professeur AMARA Sofiane et Mr. KARAOUZENE Maître de conférences « A » à l'Université de Tlemcen.

Je tiens à exprimer ma gratitude à tous mes enseignants et professeurs pour la formation qu'ils m'ont dispensée pendant toutes mes années d'études.

Un grand remerciement à mes parents, mes frères et ma sœur pour leur soutien. Je tiens à remercier tous mes amis qui m'ont aidé de loin ou de près dans la réalisation de ce travail. Enfin, j'adresse mes vives reconnaissances à tous les étudiants de master de ma promotion.

---

# *Dédicaces*

---

*Je dédie ce travail :*

*Au meilleur homme au monde mon cher père.*

*A la plus belle femme au monde ma maman.*

*A mes **sœurs** et mes frères.*

*A tout ma famille*

*A tout mes très chers amis*

*A tout mes camarades de promotion*

# Table des matières

Introduction générale .....	1
Chapiter I: Nitrure d'aluminium - gallium (AlGaN) .....	3
Introduction .....	4
I.1 Généralités sur le matériau AlGaN .....	4
I.1.1 Notion sur les semi-conducteurs .....	4
I.1.2 Les nitrures III-N .....	5
I.2 Propriétés physiques des matériaux III-N.....	6
I.3 La polarité du GaN .....	7
I.4 Propriétés électriques des matériaux III-N .....	8
I.4.1 Structure de bandes .....	8
I.5 Propriétés thermiques .....	9
I.6 Propriétés Optiques.....	10
I.7 Nitrure d'aluminium et de gallium (AlGaN) .....	11
I.7.1 Structure cristallographie de AlGaN.....	11
I.8 Hétéroépitaxie des matériaux III-N .....	12
I.8.1 Principe de l'épitaxie .....	12
I.8.2 Substrats utilisés .....	12
I.8.3 Techniques de croissance.....	13
I.8.3.1 L'Epitaxie par Jets Moléculaires (EJM) .....	14
I.8.3.2 L'Epitaxie par Jets Moléculaires assistée par laser (Laser-MEB) .....	14
I.8.3.3 L'Epitaxie en Phase Vapeur d'Organo-Métalliques (EPVOM).....	15
I.8.3.4 L'Epitaxie en Phase Vapeur aux Halogénures (EPVH) .....	16
I.9. Dopage.....	17
I.9.1. Dopage de type N .....	17
I.9.2. Dopage de type P.....	18
I.10 La Résistivité .....	19
I.11 Mobilité électronique.....	19
I.12 Structure des HEMT AlGaN/GaN .....	20
I.12.1 Analyse structurale des Hétérojonction .....	20
I.12.2 Structure du HEMT.....	22
Conclusion .....	22
Chapitre II : Techniques de caractérisation utilisées .....	26
Introduction .....	27
II.1 Diffraction des rayons X (DRX) .....	27
II.1.1 Historique des rayons X.....	27

II.1.2 Définition de la diffraction des rayons X .....	28
II.1.2.1 Réseau cristallin et réseau réciproque .....	28
II.1.2.2 La loi de Bragg .....	29
II.1.3 Production des rayons X.....	30
II.1.3.1 Les tubes à rayons X.....	30
II.1.4 L'échantillon.....	31
II.1.5 Techniques expérimentales de diffraction .....	32
II.1.5.1. Principe de Diffractomètre .....	32
II.1.5.2 Méthode de Debye-scherrer.....	32
II.1.5.3 Chambre de Debye-scherrer .....	33
II.1.5.4 Méthode de Bragg-Brentano .....	33
II.1.6 L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) des solides.....	34
II.1.7 Les applications de la méthode de diffraction des Rayons X .....	34
II.2 Caractérisation morphologique .....	35
II.2.1 Microscopie électronique à balayage .....	35
II.2.1.1 Historique du Microscopie électronique à balayage.....	35
II.2.1.2 Principe de la microscopie électronique à balayage .....	36
II.2.1.3 Constitution d'un microscope électronique à balayage .....	39
II.2.1.3.1 Le canon à électron.....	39
II.2.1.3.2 Détecteur d'électrons secondaire.....	40
II.2.1.3.3 Détecteur d'électrons rétrodiffusés.....	40
II.2.1.4 Application du Microscope Électronique à Balayage .....	41
Conclusion .....	41
CHAPITRE III : Manipulations-Résultats et discussions.....	45
Introduction.....	46
III.1 Logiciel Match3 .....	46
III.2.1 Fonctions du logiciel .....	47
III.3 Les étapes utilisées pour ce travail .....	47
III.3.1. Caractérisation structurelle par diffraction de rayon X.....	48
III.3.1.1. Appareillage .....	48
III.3.1.2 Spectre de DRX sur les échantillons d'AlGaN .....	50
III.3.2 Caractérisation morphologique par microscopie électronique à balayage.....	56
III.3.2.1. Appareillage .....	56
III.3.2.2 les résultats obtenus par microscopie électronique à balayage (MEB) .....	57
Conclusion .....	66
Conclusion Générale.....	67

## Liste des figures

Figure I-1 : Le tableau périodique des éléments.

Figure I-2 : Mailles cristallines du GaN.

Figure I-3 : Schéma illustrant la polarité du GaN

Figure I-4 : Représentations schématiques des structures de bande du GaN de structure a) würtzite et b) zinc blende.

Figure I-5 : Largeur de la bande interdite en fonction du paramètre de maille à 300K pour les matériaux III-N binaires et ternaires.

Figure I-6 : schéma de principe du procédé d'épithaxie par jet moléculaire.

Figure I-7 : Bâti d'épithaxie par jet moléculaire, EJM, ou Molecular Beam Epitaxy.

Figure I-8 : Représentation schématique de la croissance par EVPOM.

Figure I-9 : Variation de la mobilité en fonction de la concentration de porteurs et de la température.

Figure I-10 : Polarisations spontanée et piézoélectrique au sein des hétérojonctions  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$  et  $\text{Al}_{0,83}\text{In}_{0,17}\text{N}/\text{GaN}$ .

Figure I-11 : Structure d'un HEMT de type AlGaN/GaN.

Figure II-1 : Vecteurs des réseaux directs et réciproque d'un système hexagonal.

Figure II-2 : Théorie de la diffraction des rayons X.

Figure II-3 : Tube à rayons X.

Figure II-4 : Transitions électroniques responsables de la production de rayons X.

Figure II-5 : Trajet du faisceau en géométrie Bragg-Brentano,  $\alpha$  angle d'ouverture,  $\theta$  angle incident,  $2\theta$  angle de diffraction.

Figure II-6 : Chambré de Debye-scherrer.

Figure II-7 : Définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano.

Figure II-8 : Ernst RUSKA et Ernst BRÜCHE.

Figure II-9 : Représente Principe de la microscopie électronique à balayage.

Figure II-10-a : Électron secondaire.

Figure II-10-b : Électron rétrodiffusé.

Figure II-11 : Coupe d'une colonne Joël 35CF (document CMTTC) et schéma de principe du microscope électronique à balayage.

Figure II-12 : Schéma du principe du canon thermoélectronique.

Figure II-13 : Le principe de la détection des électrons rétrodiffusés.

Figure II-14 : Le principe du Détecteur d'électrons rétrodiffusés.

Figure III-1 Les échantillons utilisant

Figure III-2 : Logiciel Match3.

Figure III-3 : Diffraction des rayons X de Tlemcen « Rigaku ultima IV.

Figure III-4 : Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> non dopé sur saphir.

Figure III-5 : Spectre de Diffraction des rayons X réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> par Prashant Tyagi et al.

Figure III-6 : Spectre de Diffraction des rayons X réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> par D. Korakakis et al.

Figure III-7 : Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> sur Saphir par le logiciel Match 3.

Figure III-8 : Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> dopé au Mg sur Saphir.

Figure III-9 : Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> dopé au Mg sur Saphir par le logiciel Match 3.

Figure III-10 : Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> dopé au Si sur Saphir.

Figure III-11 : Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGa<sub>N</sub> dopé au Si sur Saphir par le logiciel Match 3.

Figure III-12 : Microscopie électronique à balayage (MEB) « Hitachi TM-1000 ».

Figure.III.13 A-B-C-D-E : Les images MEB réalisées sur la couche d'AlGa<sub>N</sub> sur Saphir avec différents grossissements (×1k, ×2k, ×2.5k, ×5k, ×10k).

Figure III-13 F-G-H-I-J : Les images MEB réalisées sur la couche d'AlGa<sub>N</sub> dopé au Mg. sur Saphir avec différents grossissements (×2.5k, ×5k, ×5k, ×10k, ×10k). Figure III-13 L-M-N : Les images MEB réalisées sur la couche d'AlGa<sub>N</sub> dopé Si sur Saphir avec différents grossissements (×2.5k, ×5k, ×10k).

## **Liste des tableaux**

Tableau I-1 : Paramètres de réseau des nitrures et bande interdite III de wurzite.

Tableau I-2 : Propriétés des différents matériaux III-N avec ses concurrents.

Tableau I-3 : Coefficients piézoélectriques et élastiques pour les composés GaN /AlN / InN.

Tableau I-4 : Quelques propriétés des substrats les plus souvent utilisés pour l'épitaxie de matériaux III-N.

Tableau I-5 : Principales caractéristiques des trois techniques de croissance généralement utilisées pour l'épitaxie de structures à base d'éléments nitrures.

# **Introduction générale**

**C**omprendre la nature des matériaux semi-conducteurs est un aspect essentiel du progrès et du perfectionnement des dispositifs électroniques et optoélectroniques. La composition et la structure des couches semi-conductrices, en particulier le nitrure d'aluminium et de gallium (AlGaN), revêtent une importance considérable en raison de leur large gamme d'utilisations, qui s'étendent des LED UV aux outils de communication haute fréquence. Pour acquérir une compréhension globale de ces matériaux, l'utilisation des techniques de diffraction des rayons X et de microscopie électronique à balayage (MEB) s'avère inestimable pour fournir des détails complexes.

La décision de se concentrer sur l'examen de deux couches distinctes d'AlGaN, l'une étant dopée n et l'autre dopée p, est motivée par le désir d'acquérir des informations complètes sur les caractéristiques structurelles de ces substances lorsqu'elles sont soumises à diverses conditions de dopage. Les disparités résultant des couches dopées (n) et (p) peuvent exercer une influence substantielle sur leurs capacités électroniques et optiques.

L'AlGaN est un matériau semi-conducteur que les gens apprécient vraiment car il possède des qualités particulières telles qu'une large bande interdite et la capacité à émettre de la lumière dans la gamme de UV. Ces qualités le rendent parfait pour de nombreuses choses différentes. Mais pour vraiment tirer le meilleur parti de ces utilisations, nous devons bien comprendre le fonctionnement de la structure cristalline et de la forme des couches d'AlGaN.

L'objectif principal de ce travail est d'analyser et de définir les propriétés structurelles et structurelles de deux différentes couches d'AlGaN. Une couche dopée n, tandis que l'autre est dopée p. Cet objectif sera atteint grâce à l'utilisation de techniques de diffraction des rayons X et de la microscopie électronique à balayage. En examinant de près ces deux techniques complémentaires, notre objectif est d'acquérir des données précises sur la structure cristalline, la composition chimique et la morphologie de chaque couche. Ces informations détaillées aideront à démêler les principales distinctions qui résultent du dopage.

En combinant ces deux techniques de caractérisation, nous visons à établir des liens entre la structure cristalline et la morphologie, attirant ainsi l'attention sur les éventuelles altérations induites par le dopage.

**Chapter I**

**Nitride d'aluminium - gallium**

**(AlGaN)**

## Introduction

Les matériaux semi-conducteurs ont un impact significatif sur la création et la production de dispositifs électroniques et optoélectroniques de pointe. L'un de ces semi-conducteurs, connu sous le nom d'alliage nitrure d'aluminium-gallium (AlGaN), est devenu un matériau crucial dans les domaines de la photonique, de l'électronique de puissance et des dispositifs à large bande interdite. L'amalgame d'aluminium (Al), de gallium (Ga) et d'azote (N) dans cet alliage présente des caractéristiques extraordinaires qui le positionnent comme un excellent choix pour diverses applications, notamment les LED ultraviolettes et les transistors haute fréquence.

### I.1 Généralités sur le matériau AlGaN

#### I.1.1 Notion sur les semi-conducteurs

Un semi-conducteur représente une substance solide ayant la capacité de conduire l'électricité dans des circonstances spécifiques tout en limitant cette conductivité dans d'autres conditions, ce qui en fait un moyen efficace pour réguler le flux de courant électrique. En réalité, ses caractéristiques électriques le positionnent à mi-chemin entre un conducteur, tel qu'un métal, et un isolant. La conductivité des semi-conducteurs peut être induite par des méthodes telles que le chauffage, l'éclairage (comme observé dans les panneaux photovoltaïques) ou l'application d'une tension. Cette dualité électrique est à la base de tous les systèmes informatiques modernes, alimentant nos appareils électroniques, y compris les dispositifs connectés [1].

Le semi-conducteur est un composé chimique solide d'une structure cristalline périodique et régulière. Ce matériau se situe entre les conducteurs et les isolants cela signifie qu'il peut conduire de l'électricité dans des conditions variable et aussi il se comporte comme un isolant dans des conditions normales. [2] Ces propriétés font que les semi-conducteurs jouent un rôle important dans la fabrication des dispositifs microélectroniques et optoélectroniques. Le semi-conducteur le plus connu et le plus utilisée c'est le silicium à cause de son abondance dans la surface terrestre. [3][4] Finalement, le matériau étudié dans ce travail c'est un semi-conducteurs III-N.

I.1.2 Les nitrures III-N

La famille des semi-conducteurs III-N continue de s'élargir avec l'introduction du nitruire de gallium (GaN) en tant que nouveau matériau. Le gap énergétique direct du GaN, évalué à 3,43 eV à 300 K, le classe comme un matériau à large bande interdite qui vient compléter la gamme spectrale des composés de la série III-N. Il rivalise avec les composés II-VI à large bande interdite dans le domaine de l'optoélectronique, tout en concurrençant les composés à large bande interdite tels que le SiC et le diamant dans les applications électroniques à haute température et à forte puissance. Une caractéristique notoire est la capacité à former des alliages tels que InGaN et AlGaN. De manière similaire au GaAs, l'introduction d'indium diminue le gap énergétique dans InN à 0,8 eV, tandis que l'ajout d'aluminium l'augmente à 6,2 eV dans AlN. Ainsi, ces nitrures peuvent couvrir l'intégralité de la gamme spectrale, allant du proche ultraviolet à la lumière visible. Particulièrement remarquable, la gamme bleue, inaccessible à d'autres semi-conducteurs, constitue le domaine d'excellence des nitrures [6].

Les semi-conducteurs de type III-V sont composés de substances dérivées de la troisième colonne et de la cinquième colonne du tableau périodique comme illustre dans la figure I-1.

Le tableau périodique des éléments est présenté avec les colonnes IIIA, IVA, VA, VIA, VIIA et VIIIA encerclées en bleu. Les éléments de ces colonnes sont : IIIA (B, Al, Ga, In, Tl), IVA (C, Si, Ge, Sn, Pb), VA (N, P, As, Sb, Bi), VIA (O, S, Se, Te, Po) et VIIA (F, Cl, Br, I, At). Les autres colonnes sont IA, IIA, IIIB, IVB, VB, VIB, VIIB, VIII, VIII, VIII, IB, IIB, L (lanthanides) et A (actinides).

Figure I-1 Le tableau périodique des éléments[5].

## I.2 Propriétés physiques des matériaux III-N

Les nitrures d'éléments III cristallisent dans trois structures cristallines différentes : wurtzite, sphalérite et sel gemme. La formation de ces structures dépend de différents paramètres tels que les conditions de croissance (pression, température, rapport III/V.) et l'orientation cristalline du substrat utilisé.

La structure wurtzite est thermodynamiquement plus stable, est la structure la plus courante et est souvent utilisée pour fabriquer des dispositifs de type HEMT dans des hétérostructures III-N à base de GaN. Le cristal de structure wurtzite est organisé en deux sous-réseaux hexagonaux denses, l'un pour les éléments de type III (Al, Ga ou In) et l'autre pour les atomes d'azote (N), entrelacés avec un décalage de  $5/8$  le long de l'axe  $c$ , correspondant à l'axe de croissance. La phase hexagonale de wurtzite présente un tassement atomique de type AaBb... le long de l'axe  $[0001]$ . Le tableau I-1 donne les différents paramètres de réseau des structures cristallines de wurtzite de GaN, AlN et InN [6]. Puisque la structure cristalline de la wurtzite n'a pas de centre d'inversion, les directions  $[0001]$  et  $[000\bar{1}]$  ne sont pas égales. Par convention, l'axe  $[0001]$  est orienté du métal vers l'azote (et inversement pour l'axe  $[000\bar{1}]$ ). Les structures élaborées selon l'orientation  $[0001]$  sont dites à polarité métal (Ga, Al, In), tandis que celles selon  $[000\bar{1}]$  sont dites à polarité azote [6].

**Tableau I-1 Paramètres de réseau des nitrures d'éléments III de la structure wurzite [6].**

	a(Å)	c(Å)	u
AlN	3,123	4,982	0,380
GaN	3,189	5,185	0,376
InN	3,540	5,705	0,377

Généralement, les nitrures des éléments du groupe III sont caractérisés par une structure cristalline hexagonale de type würtzite. Il est également possible d'observer une symétrie cubique chez ces matériaux. Les différentes structures du GaN sont illustrées dans la figure I-2 [7].

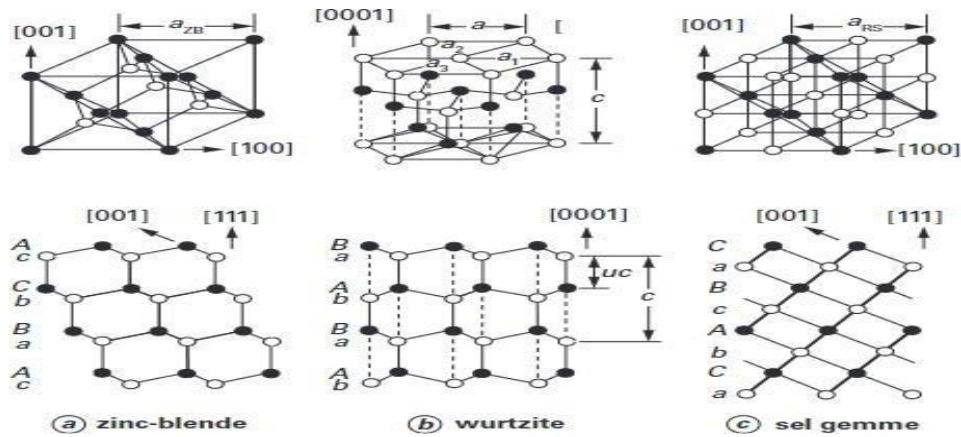


Figure I-2 Mailles cristallines du GaN [7].

### I.3 La polarité du GaN

Le nitride de gallium (GaN) est un matériau semi-conducteur qui présente des propriétés uniques en raison de sa polarité. La polarité du GaN fait référence à l'orientation de ses liaisons chimiques le long de l'axe c de son réseau cristallin hexagonal. Cette polarité peut être de type Ga-polaire (orientée vers le gallium) ou N-polaire (orientée vers l'azote) [32].

Lorsque la liaison Ga-N selon c commence par un atome de Ga, la polarité est dite Ga ; et vice versa, lorsque la liaison Ga-N selon c commence par un atome de N, la polarité est dite N. Les liaisons de couleurs sont associées à des liaisons pendantes. Pour une structure de surface entraînant un nombre minimum de liaisons pendantes, les cristaux de polarité Ga et N présentent respectivement des atomes de Ga et de N en surface, qui se terminent respectivement par une liaison pendante représentée en rouge et en bleu sur la figure I-3. Lorsque le cristal de polarité N se termine par des atomes de Ga, ces derniers se terminent par trois liaisons pendantes représentées en vert [32].

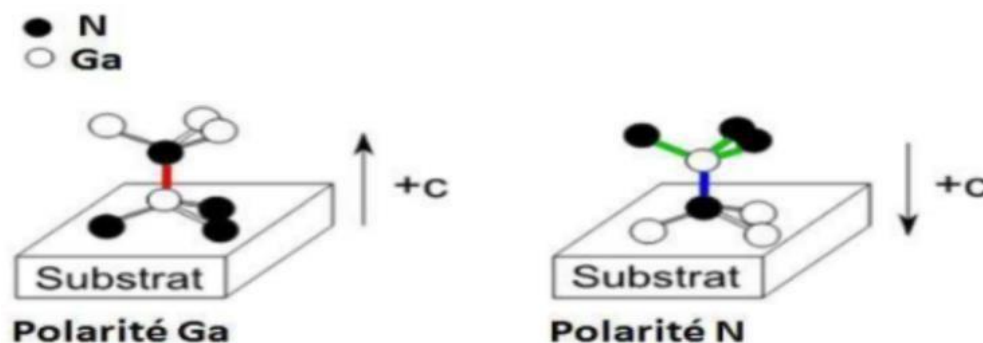


Figure I-3 Schéma illustrant la polarité du GaN [32].

## I.4 Propriétés électriques des matériaux III-N

Les propriétés électriques des matériaux III-N, telles que la large bande interdite, la haute mobilité électronique, la faible densité de porteurs intrinsèques, la haute conductivité thermique, et le fort champ de claquage, combinées à leurs caractéristiques de polarisation, les rendent essentiels pour les technologies modernes de haute puissance, haute fréquence, et haute température. Ces propriétés font des nitrures III-N un choix privilégié pour de nombreuses applications avancées en électronique et optoélectronique. Le tableau I-2 représente les propriétés électriques des différents matériaux III-N avec ses concurrents.

**Tableau I-2 Propriétés électriques des différents matériaux III-N avec ses concurrents [16].**

Propriétés	GaN	AlN	InN	SiC	Si	GaAs	InP
Bande interdite EG (eV)	3,4	6,2	0,7	3,2	1,1	1,4	1,3
Champ de claquage (MV /cm)	3,3	8,4	1,2	3,5	0,3	0,4	0,5
Vitesse de saturation ( $10^7$ cm/s)	2,5	2,1	1,8	2	1	1	1
Mobilité ( $\text{cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ )	990	135	3,6	650	1500	8500	5400
Permittivité relative ( $\epsilon_r$ )	9,5	9,14	15,3	10	11,8	11,5	12,5
Conductivité thermique K (W/cm. K)	1,5	2	0,45	4,2	1,5	0,5	0,7

### I.4.1 Structure de bandes

Le nitrure de gallium (GaN) sous forme wurtzite est un semi-conducteur à large bande interdite. À une température de 300 K, la valeur de la bande interdite au centre de la zone Brillouin ( $\Gamma$ ) est de 3,39 eV. Cette valeur augmente avec la diminution de la température, suivant l'équation (1) formulée par Bougrov et al.[8] atteignant 3,47 eV à 0 K.

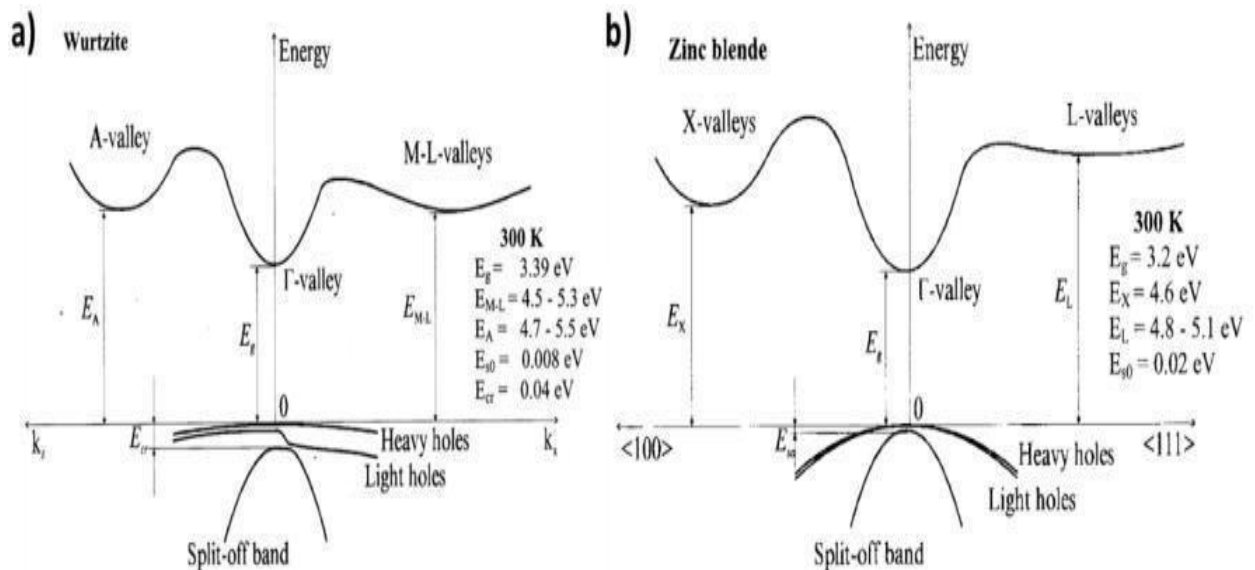
$$Eg = Eg(0) - 7,7 \times 10^{-4} \times \frac{T^2}{T+600} \quad (1)$$

Avec :

T : la température en K

$Eg(0) = 3,47$  eV (Wurtzite) ou  $3,28$  eV (zinc blende).

Le nitrure de gallium présente trois types de structures cristallines distinctes, chacune ayant un volume de maille différent : würtzite ( $V_{\text{maille}} \sim 91 \text{ \AA}^3$ ), zinc blende ( $V_{\text{maille}} \sim 89 \text{ \AA}^3$ ) et NaCl ( $V_{\text{maille}} \sim 72 \text{ \AA}^3$ ) [9]. Ces arrangements atomiques variés entraînent des changements dans la structure électronique du matériau, affectant ainsi leur bande interdite. Des modifications significatives de l'énergie de bande interdite ( $E_g$ ) ont été observées, tant d'un point de vue expérimental que théorique. La figure I-4 offre une représentation simplifiée des diagrammes de bandes pour le GaN [10].



**Figure I-4 Représentations schématiques des structures de bande du GaN de structure a) würtzite et b) zinc blende [10].**

### I.5 Propriétés thermiques

En plus de leurs excellentes propriétés électroniques, les matériaux III-N présentent également des propriétés thermiques attractives pour les applications liées à l'énergie, entraînant des augmentations significatives des températures internes. La conductivité thermique  $k$  représente la capacité du matériau à transmettre la chaleur et l'unité est  $W \cdot K^{-1} \cdot cm^{-1}$ . Le tableau I-3 regroupe les coefficients piézoélectriques et élastiques pour les composés GaN / AlN / InN [11].

**Tableau I-3 Coefficients piézoélectriques et élastiques pour les composés GaN /AlN / InN [11].**

	GaN	AlN	InN
$e_{31}$ (C.m <sup>-2</sup> )	-0,49	-0,58	-0,57
$e_{33}$ (C.m <sup>-2</sup> )	0,73	1,55	0,97
$C_{13}$ (GPa)	103	108	92
$C_{33}$ (GPa)	405	373	224

Avec :

$e_{31}$  et  $e_{33}$  : Les constantes piézoélectriques

$C_{13}$  et  $C_{33}$  : Les constantes élastiques

On peut représenter l'évolution de la conductivité thermique  $K$  en fonction de la température pour les matériaux binaires III-N en couches épaisses en utilisant la loi empirique suivante [12].

$$K(T) = K_{300} \left(\frac{T}{300}\right)^\alpha \quad (2)$$

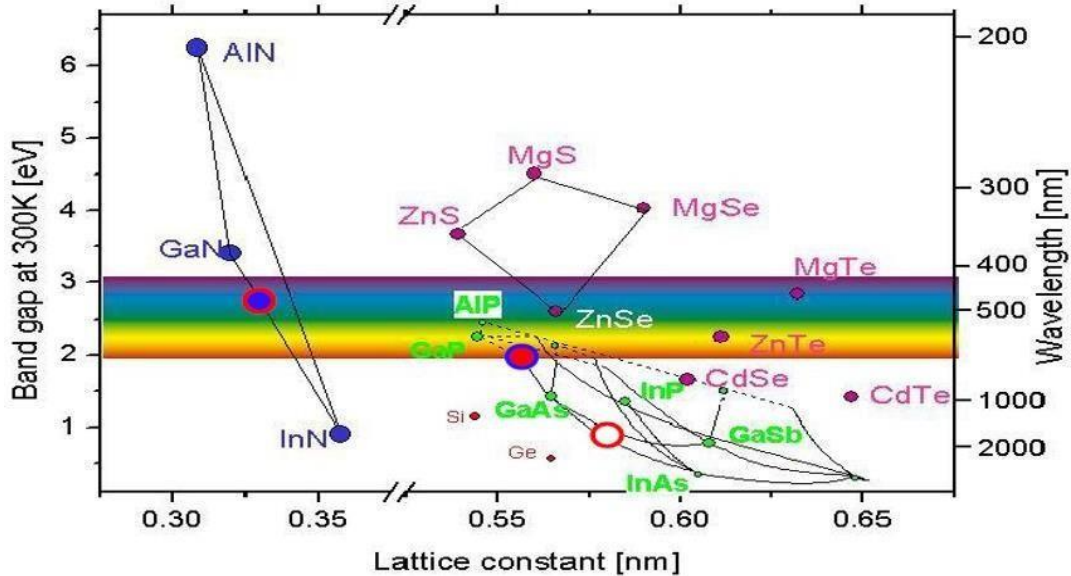
Avec  $K_{300}$  conductivité thermique à 300K

La conductivité thermique du GaN pur varie généralement entre 130 et 240 W/mK à température ambiante. Cette plage reflète les variations dues aux différentes méthodes de croissance du cristal, à la qualité du cristal, à la présence de défauts et à la manière dont le GaN est intégré dans les dispositifs [13].

## I.6 Propriétés Optiques

Les nitrures se positionnent comme des semiconducteurs à large bande interdite directe, ce qui les rend particulièrement adaptés aux applications optoélectroniques, permettant des recombinaisons électron-trou sans la nécessité d'échange de phonons. La figure I-5 présente la variation de la bande interdite  $E_g$  (le gap) en fonction du paramètre de maille pour les nitrures d'éléments III à une température ambiante ( $T=300K$ ) [16]. Cette variation est significative, avec une valeur de 0,75 eV pour l'InN [14], 3,42 eV pour le GaN, et jusqu'à 6,20 eV pour l'AlN. Les multipuits quantiques à base d'AlGaIn/GaN et d'InGaIn/GaN sont utilisés dans la fabrication de

LEDs et de diodes laser, théoriquement capables d'émettre dans une plage allant de l'infrarouge à l'ultraviolet en ajustant la composition des couches. Toutefois, dans la pratique, l'obtention de couches à forte teneur en indium pose des défis, et les composants optoélectroniques à base de nitrure ont tendance à émettre généralement à des longueurs d'onde plus courtes, notamment dans la plage verte (570-520 nm) [15].



**Figure I-5 Largeur de la bande interdite en fonction du paramètre de maille à 300K pour les matériaux III-N [16].**

### I.7 Nitrure d'aluminium et de gallium (AlGaN)

Le nitrure d'aluminium et de gallium (AlGaN) est une composition semi-conductrice dont la formule chimique s'écrit généralement sous la forme  $(Al_xGa_{1-x}N)$ , où  $x$  est le pourcentage de gallium dans la composition par rapport à l'aluminium. En d'autres termes, c'est un alliage qui contient de l'aluminium, du gallium et de l'azote.

C'est un matériau semi-conducteur. Il s'agit de n'importe quelle combinaison d'AlN et de GaN. La bande interdite d' $Al_xGa_{1-x}N$  peut passer de 3,4eV ( $x_{Al}=0$ ) à 6,2eV ( $x_{Al}=1$ ) [17]. La composition de l'AlGaN est modifiée par le rapport aluminium/gallium, qui affecte l'énergie de la bande interdite et les propriétés électroniques et optiques qui en résultent.

#### I.7.1 Structure cristallographie de AlGaN

La composition structurale de l'AlGaN est généralement basée sur la composition cristalline du nitrure de gallium (GaN), qui fait également partie de la classe des cristaux de

wurtzite. La composition structurale de la wurtzite est une structure hexagonale qui se distingue par des motifs d'hexagonalité dans le plan basal et un empilement de couches hexagonales.

Pour l'alliage AlGaN, l'aluminium (Al) est intégré dans le réseau cristallin du GaN. La substitution de certains atomes de gallium par des atomes d'aluminium introduit des variations dans la structure cristalline. La composition exacte de l'alliage, exprimée par le rapport molaire Al/Ga, influence les propriétés cristallographiques et électroniques du matériau.

## **I.8 Hétéroépitaxie des matériaux III-N**

### **I.8.1 Principe de l'épitaxie**

Le mot « epi » a été inventé par L. Royer en 1928 et est une combinaison des termes grecs « epi » (qui signifie « sur ») et « taxis » (qui signifie « arrangement »). Il représente l'orientation spontanée du deuxième cristal par rapport au premier cristal [18]. En général, l'épitaxie se réfère à la croissance d'un film ou d'une couche mince sur un substrat cristallin qui dicte sa structure cristalline, ou du moins l'une de ses directions cristallines, à cette couche mince. L'épitaxie se divise en deux catégories principales : l'homoépitaxie, où le substrat et le matériau synthétisé sont identiques, et l'hétéroépitaxie, où leurs natures diffèrent. Dans le domaine des nitrures d'élément III, la synthèse par homoépitaxie n'est actuellement pas réalisable à l'échelle industrielle. Par exemple, pour obtenir un lingot de GaN, des procédés classiques tels que le tirage Czochralski, utilisé pour le silicium, exigeraient des conditions de pression et de température extrêmement élevées [19]. Actuellement, la fabrication de cristaux de GaN de haute qualité cristalline (avec une densité de dislocations aussi basse que  $10^3$ - $10^4$  cm<sup>-2</sup>).[20][21] est réalisable grâce à des techniques très spécifiques. Cependant, ces méthodes ne permettent que la production de cristaux de taille relativement petite, généralement de l'ordre de 1 à 2 pouces, et leur coût est prohibitif. Ces limitations entravent considérablement leur utilisation à des fins industrielles.

### **I.8.2 Substrats utilisés**

Le choix du substrat joue un rôle crucial dans la qualité de l'hétéroépitaxie. La croissance des matériaux III-N peut être réalisée sur une variété de substrats. Idéalement, la croissance directe du nitrure de gallium sur un substrat de GaN massif est privilégiée pour minimiser les défauts structuraux, une méthode appelée croissance homomorphique. Cependant, dans la plupart des cas, le substrat utilisé diffère de la couche épitaxiée, entraînant une croissance

métamorphique. En raison de l'absence de substrat en accord de maille pour le GaN, cette méthode est souvent employée dans diverses applications.

Dans le domaine industriel, la densité de dislocations est cruciale pour assurer la fiabilité des dispositifs. Pour produire des structures HEMT, les substrats doivent présenter une qualité cristalline élevée, une isolation électrique efficace (en raison de la nature planaire des structures), et une bonne conductivité thermique, car ces transistors génèrent des niveaux élevés de puissance, entraînant un auto-échauffement. En outre, plusieurs autres facteurs doivent être pris en compte, notamment le désaccord de maille, le coefficient d'expansion thermique, la structure cristalline, les propriétés chimiques et physiques, ainsi que le traitement de surface [22]. Les caractéristiques générales des principaux substrats utilisés pour la croissance des structures III-N sont résumées dans le tableau I-4[23].

**Tableau I-4 Quelques propriétés des substrats les plus souvent utilisés pour l'épitaxie de matériaux III-N [23].**

	Saphir	SiC	Silicium (111)	GaN	AlN
Paramètre de maille (Å)	2,747	3,082	3,8401	3,1878	3,112
Désaccord paramétrique avec GaN (%)	16	3,4	-17	0	-2,4
Coefficient de dilatation thermique ( $10^{-6} / K$ )	7,5	4,7	2,59	5,59	4,2
Conductivité-thermique ( $W. K^{-1} .cm^{-1}$ )	0,5	3,8	1,5	1,5	3
Cout 2 (€)	50	1000	30	1200	

### I.8.3 Techniques de croissance

Trois méthodes de croissance sont couramment employées pour l'épitaxie des structures à base de nitrures d'éléments :

### I.8.3.1 L'Épitaxie par Jets Moléculaires (EJM)

L'épitaxie par jets moléculaires (EJM) est une technique de croissance de couches minces monocristallines, inventée dans les années 1960 chez Bell Labs [24].

L'épitaxie par jets moléculaires (EJM) de matériaux AlGaN est une technique de croissance cristalline qui permet de produire des couches minces d'alliages d'aluminium, de gallium et d'azote avec une grande précision. Dans cette méthode, des jets de molécules d'aluminium, de gallium et d'azote sont émis vers un substrat chauffé à haute température dans une enceinte sous vide. Ces molécules se décomposent au contact du substrat chaud, formant des atomes qui se déposent et se cristallisent pour former une couche d'AlGaN. En contrôlant avec précision les flux de molécules, la température du substrat et d'autres paramètres de croissance, il est possible de fabriquer des couches d'AlGaN avec des propriétés spécifiques adaptées à diverses applications optoélectroniques et électriques. La figure I-6 illustre le schéma de principe du procédé d'épitaxie par jet moléculaire [25].

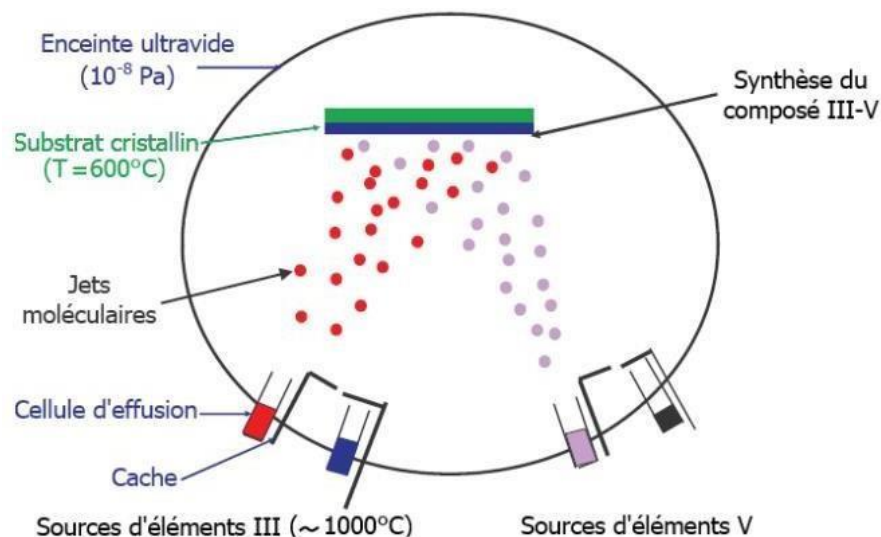


Figure I-6 schéma de principe du procédé d'épitaxie par jet moléculaire [25].

### I.8.3.2 L'épitaxie par jet moléculaire assistée par laser (Laser-MBE)

L'épitaxie par jet moléculaire assistée par laser de matériaux GaN (nitrure de gallium) est une technique avancée de dépôt de couches minces utilisée pour produire des cristaux de haute qualité de GaN (Figure I-7). Cette méthode combine les techniques de l'épitaxie par jet moléculaire (MBE) avec l'assistance d'un laser pour améliorer le contrôle du processus de dépôt et la qualité du matériau final [26].

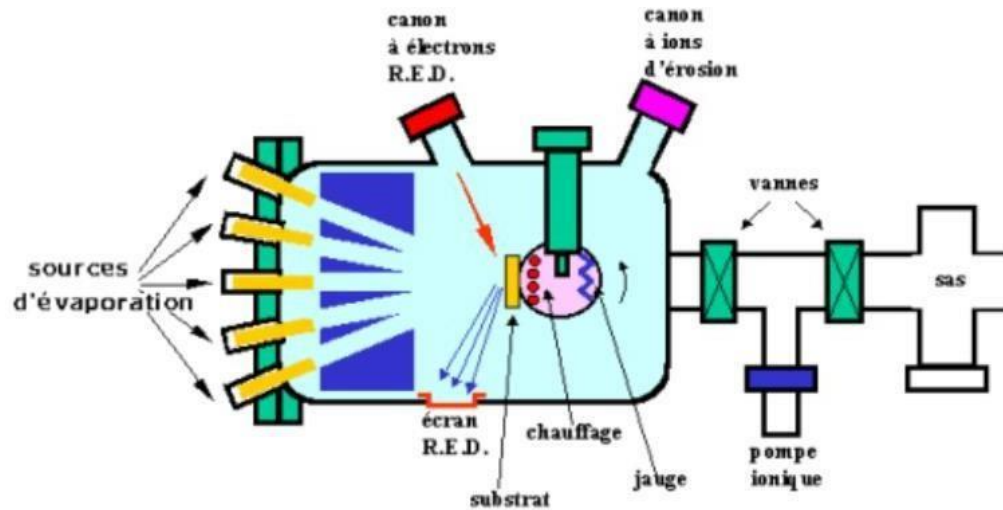


Figure I-7 Bâti d'épitaxie par jet moléculaire, EJM, ou Molecular Beam Epitaxy [26].

### I.8.3.3 L'Épitaxie en Phase Vapeur d'Organo-Métalliques (EPVOM)

L'épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (EPVOM) de GaN est une technique de croissance cristalline largement utilisée dans l'industrie des semi-conducteurs. Elle implique le dépôt de couches de nitrure de gallium (GaN) à partir de précurseurs organométalliques sous forme de vapeur. Cette méthode offre un contrôle précis sur l'épaisseur et la composition des couches de GaN, ce qui en fait un choix populaire pour la fabrication de dispositifs tels que les LED, les diodes laser et les dispositifs électroniques à haute puissance [27].

Le substrat est chauffé et passé à travers un gaz porteur, qui transporte les composants à déposer par épitaxie sur le substrat. Ces éléments existent sous forme de molécules appelées précurseurs qui peuvent se décomposer au contact d'un substrat chauffé dans des conditions optimales. Cette décomposition peut se comprendre par le dépôt des éléments recherchés sur le substrat, tandis que les résidus des précurseurs sont expulsés par le gaz vecteur, comme explique sur la figure I-8.

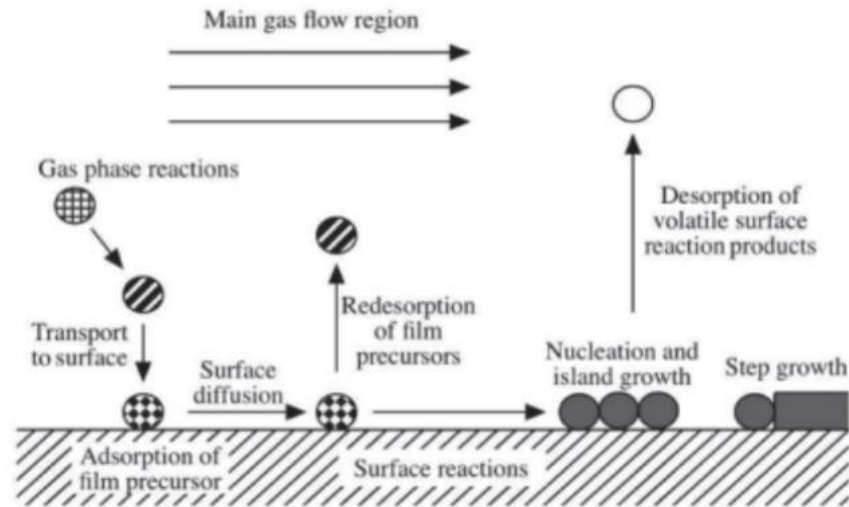


Figure I-8 Représentation schématique de la croissance par EVPOM [28].

#### I.8.3.4 L'Épitaxie en Phase Vapeur aux Halogénures (EPVH)

L'EPVH, également connue sous le nom d'épitaxie en phase vapeur haute température, est une technique qui produit des matériaux de qualité électronique et structurale remarquable, tout en assurant des vitesses de croissance considérables, pouvant atteindre environ 100 micromètres par heure [29]. Le tableau I-5 regroupe les principales caractéristiques des trois techniques de croissance généralement utilisées pour l'épitaxie de structures à base d'éléments nitrures [30].

**Tableau I-5 Principales caractéristiques des trois techniques de croissance généralement utilisées pour l'épithaxie de structures à base d'éléments nitrures [30].**

	EJM	EPVOM	EPVH
Pression de croissance	$10^{-5} - 10^{-11}$ Torr	50 – 500 mbar	0,5 – 1 bar
Température du substrat	500 – 900 °C	700 – 1100 °C	900 – 1100 °C
Vitesse de croissance	0,1 – 1 $\mu\text{m/h}$	>1 $\mu\text{m/h}$	10 – 100 $\mu\text{m/h}$
Précurseurs	NH <sub>3</sub> , N <sub>2</sub> , sources solides métallique (Ga-Al In)	NH <sub>3</sub> , Triméthyl-Ga-Al-In	HCl, NH <sub>3</sub> , bain métallique (Ga, Al)
Remarques	-Contrôle des épaisseurs des composition et maîtrise des interfaces.  -Phase de développement	-croissance rapide.  -production industrielle.	-Couches épaisses de substrats-Gan autosupportés.  -Production industrielle

## I.9. Dopage

### I.9.1. Dopage de type n

Les nitrures des éléments du groupe III présentent généralement un dopage résiduel de type n, ce qui se traduit par des concentrations de porteurs libres d'environ  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ , ce dopage résiduel provient essentiellement de certaines impuretés, notamment le silicium (Si) et l'oxygène (O). Bien qu'une variété d'éléments soit disponible pour le dopage de type N, le silicium est le plus couramment utilisé. Dans les matériaux GaN, les atomes de silicium ont tendance à dominer les sites de gallium car le rayon covalent du silicium est plus proche de celui du gallium que de celui de l'azote [31].

Dans les alliages  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  non dopés, l'effet de confinement des porteurs augmente proportionnellement à la concentration en aluminium. Au-dessus de 50% de concentration, l'alliage ne présente plus de propriétés semi-conductrices et devient isolant [31]. Lorsque ces alliages riches en aluminium sont dopés au silicium, une augmentation significative de la conductivité électrique est observée lorsque la concentration en silicium [Si] est supérieure à  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , les transformant ainsi en semi-conducteurs dopés de type n. Actuellement, les alliages  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  peuvent être dopés de type n, y compris des compositions allant jusqu'à 100 % d'aluminium (AlN). Cependant, il convient de noter qu'il existe une limite supérieure au dopage de type n de l'AlN par le silicium. Si la concentration atomique de ce dernier dépasse  $3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ , un phénomène d'auto-compensation se produit, provoquant à nouveau la résistivité du matériau [31].

### I.9.2. Dopage de type p

Doper les nitrures de type p représente une tâche particulièrement complexe. Bien que divers accepteurs aient été examinés, incluant le lithium (Li), le sodium (Na), le potassium (K), le béryllium (Be), le zinc (Zn) et le calcium (Ca), le magnésium semble être le seul efficace en raison de sa solubilité plus élevée dans le GaN [31]. Cependant, le principal défi associé au magnésium réside dans son énergie d'activation élevée, qui augmente avec la concentration en aluminium. À température ambiante, seule une faible proportion des atomes de Mg est ionisée. Pour une concentration typique de magnésium de l'ordre de  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ , la concentration résultante de trous est d'environ quelques  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . De plus, les atomes de magnésium ont tendance à s'accumuler sur les cœurs des dislocations, créant des zones appauvries en magnésium autour d'elles et altérant ainsi leurs propriétés électriques. En outre, la qualité cristalline du matériau dopé est compromise car le magnésium favorise l'émergence de défauts structuraux tels que des inclusions et des domaines d'inversion.

Les avancées dans le domaine du dopage de type p sont particulièrement prometteuses, et l'état actuel de la technologie évolue rapidement. Dès 1999[31], une équipe de chercheurs américains a annoncé avec succès le dopage de  $\text{Al}_{0.09}\text{Ga}_{0.91}\text{N}$  avec une concentration de magnésium de  $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ . En 2002[31], d'autres chercheurs américains ont signalé le succès du dopage de type p dans des couches d' $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ , couvrant des variations de teneur en aluminium allant de 0 à 27%. En 2003[31], une diode comprenant une couche d' $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{N}$  dopée p a été développée aux États-Unis. Plus récemment, en 2004, des chercheurs japonais ont réussi à rendre conductrices des couches d' $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  dopées au magnésium, avec une

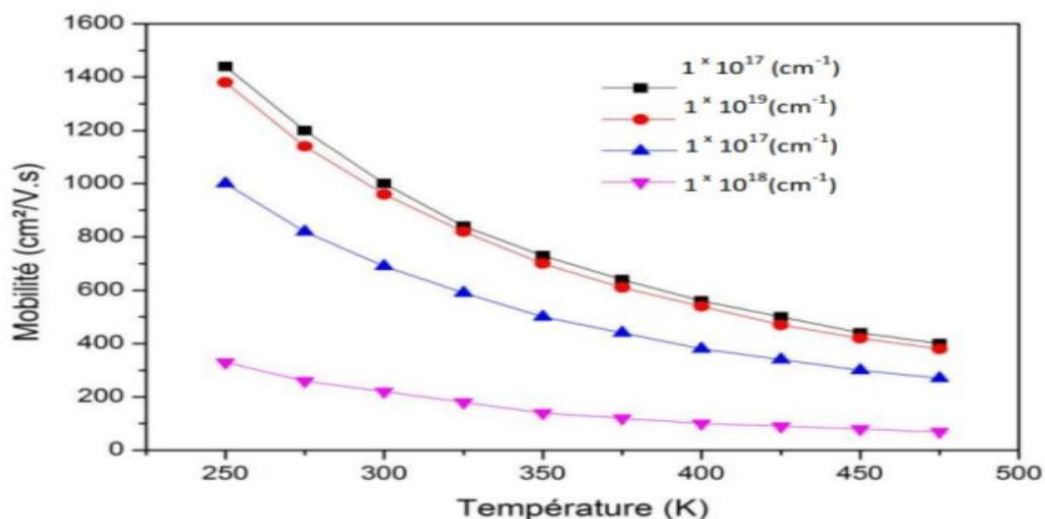
concentration en aluminium dépassant les 53%. Cependant, malgré ces avancées, la progression vers des concentrations encore plus élevées reste incertaine. Des tentatives de dopage de type p de l'AlN ont démontré qu'une fraction très faible des atomes de magnésium (environ  $10^{-9}$ ) était activée à température ambiante [31].

### I.10 La Résistivité

Les propriétés du GaN varient en fonction de plusieurs paramètres, notamment l'épaisseur de la couche, les propriétés structurales et morphologiques, ainsi que les défauts étendus et ponctuels. Parmi ces paramètres, la concentration d'électrons et leur mobilité jouent un rôle crucial, étant directement liées à la résistivité du matériau. Cette résistivité peut être mesurée à l'aide de techniques telles que la méthode de Van der Pauw, qui permet d'obtenir des informations précises sur la conductivité électrique des couches de GaN [33].

### I.11 Mobilité électronique

La mobilité électronique est un paramètre crucial qui mesure la capacité des électrons et des trous à se déplacer à travers un matériau sous l'effet d'un champ électrique. Cette mobilité est fortement affectée par plusieurs facteurs tels que le dopage, la température et la concentration des impuretés dans le cristal. L'ajout de dopants ou une augmentation de la température peuvent induire des perturbations dans le réseau cristallin, influençant ainsi négativement la mobilité. La figure I-9 illustre comment la mobilité varie en fonction de la température et de la concentration des porteurs de charge [8].



**Figure I-9 Variation de la mobilité en fonction de la concentration de porteurs et de la température [8].**

Sans champ électrique externe et en condition d'équilibre thermodynamique, le mouvement des électrons dans le cristal est aléatoire et résulte uniquement de l'agitation thermique, sans entraîner de déplacement net des charges. Cependant, lorsqu'un champ électrique est appliqué, les porteurs de charge se déplacent à une vitesse appelée vitesse de dérive. Cette vitesse de dérive est proportionnelle au champ électrique selon la loi suivante [34] :

$$v = \mu.E \text{ avec } \mu = q\tau / m^* \quad (3)$$

Avec :

q : la charge de l'électron

$\mu$  : la mobilité électronique

$\tau$  : le temps de relaxation

$m^*$  : masse effective des porteurs

## I.12 Structure des HEMT AlGa<sub>x</sub>N/GaN

### I.12.1 Analyse structurale des Hétérojonction

À titre illustratif, les polarisations spontanée et piézoélectrique au sein des hétérojonctions Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN et Al<sub>0,83</sub>In<sub>0,17</sub>N/GaN sont exposées sur la figure I-10 afin d'élucider la formation du gaz 2D. L'orientation des polarisations au sein de ces matériaux est spécifiée pour une face supérieure de Ga. Dans les deux cas, la couche de GaN possède une épaisseur suffisante pour être relaxée, ce qui exclut l'apparition d'une polarisation piézoélectrique, laissant uniquement place à la polarisation spontanée dans le GaN.

Dans le contexte de l'hétérojonction Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN, le paramètre de maille  $a$  de la couche d'Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N est constamment inférieur à celui de la couche de GaN, indépendamment de la valeur de  $x$ . La couche mince d'Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N se conforme au paramètre de maille imposé par le GaN (croissance pseudomorphique), ce qui engendre une contrainte dans la couche et donne lieu à une polarisation piézoélectrique au sein du matériau ternaire. La polarisation à l'interface Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN peut être formulée de la manière suivante [35] :

$$P_{(sp)}^{Al_xGa_{1-x}N/GaN} = P_{(sp)}^{Al_xGa_{1-x}N} + P_{(sp)}^{Al_xGa_{1-x}N} - P_{(sp)}^{GaN} \quad (4)$$

Étant donné que le composé ternaire AlGa<sub>x</sub>N est formé à partir des composés binaires GaN et AlN, la loi de Vegard offre une approche permettant de quantifier la valeur de la polarisation spontanée en se basant sur celles du GaN et de l'AlN :

$$P_{(sp)}^{Al_{1-x}Ga_xN} = P_{(sp)}^{AlN} \times x + P_{(sp)}^{GaN} \times (1 - x) \tag{5}$$

$$P_{(sp)}^{Al_{1-x}Ga_xN} = -0,09 \times x - 0,034(1 - x) \tag{6}$$

La quantification de la polarisation piézoélectrique nécessite l'évaluation du degré de relaxation r(x), qui prend en compte la contrainte présente dans la couche barrière Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N en fonction de la fraction molaire x. Cette polarisation est calculée par l'équation suivante [35] :

$$P_{pz} = 2(1 - r(x)) \times \frac{a(x) - a_0}{a(x)} \epsilon_{31}(x) - e_{33}(x) \frac{C_{13}(x)}{C_{33}(x)} \rightarrow \tag{7}$$

Avec :

-a et a<sub>0</sub> : Les paramètres de maille du matériau contraint et relaxé respectivement.

-e<sub>31</sub> et e<sub>33</sub> : Les constantes piézoélectriques

C<sub>13</sub> et C<sub>33</sub> : Les constantes élastiques.

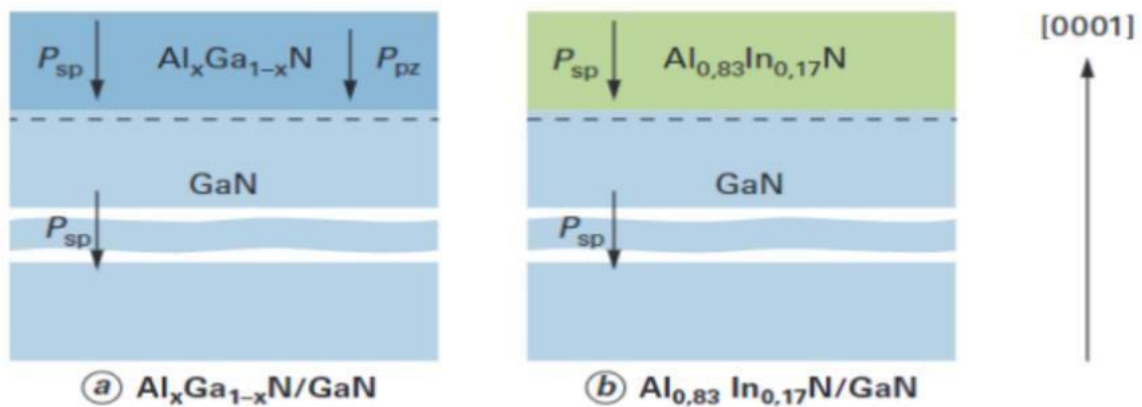


Figure I-10 Polarisation spontanée et piézoélectrique au sein des hétérojonctions Al<sub>x</sub> Ga<sub>1-x</sub>N/GaN et Al<sub>0,83</sub> In<sub>0,17</sub> N/GaN [35].

### I.12.2 Structure du HEMT

Le HEMT est principalement constitué d'un contact Schottky de grille, utilisé pour contrôler le courant dans le canal du transistor, ainsi que de deux contacts ohmiques au niveau du drain et de la source. Le courant se déplace du drain vers la source à travers le puits de potentiel formé à l'interface des deux matériaux, comprenant :

La couche barrière : qui est la couche supérieure de grand gap (AlGaN)

La couche tampon (buffer) : est la couche inférieure, de plus faible gap (GaN), nonintentionnellement dopé, de type n ( $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ ). Cette couche peut être sensible à une pollution à l'oxygène et autres lacunes d'azote. la figure I-11 représente la structure d'un HEMT de type AlGaN/GaN [37].

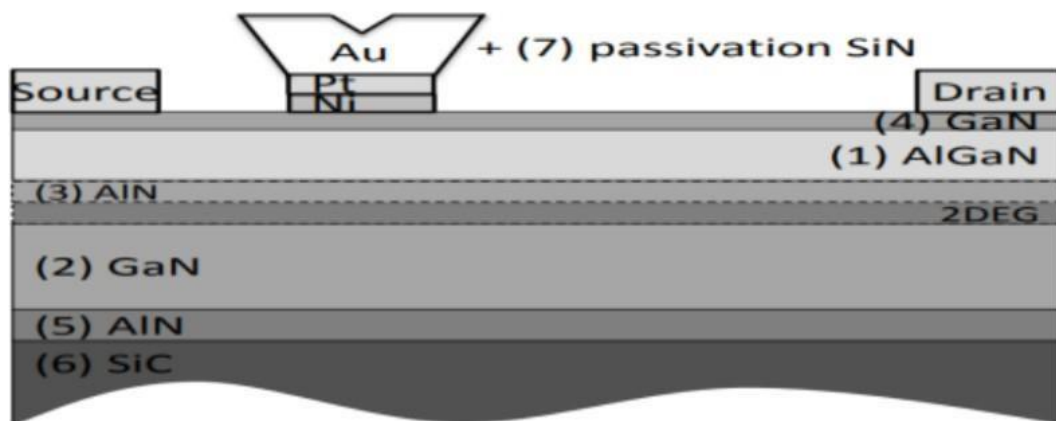


Figure I-11 Structure d'un HEMT de type AlGaN/GaN [37].

### Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exploré et défini les propriétés structurales, physiques du nitrure III-N. La recherche est encore en plein développement, de sorte que peu de paramètres fondamentaux du matériau sont généralement acceptés. Nous avons présenté les caractéristiques structurales, électroniques et optiques des nitrures III-N. Nous avons également examiné les propriétés de transport. Les semi-conducteurs III-N possèdent des mobilités de porteurs de charge supérieures à celles du silicium, permettant ainsi la réalisation de transistors fonctionnant à des tensions d'alimentation plus basses.

## **Bibliographie du chapitre I**

[1] Célia Garcia-Montero « Semi-conducteur : définition, usages et raisons de la pénurie de ce matériau » 02/11/21

[2] « Semi-conducteur : définition, usages et raisons de la pénurie de ce matériau ». Consulté le : 6 janvier 2024. [En ligne]. Disponible sur : <https://www.journaldunet.fr/web-tech/dictionnaire-de-l-iot/1440700-semi-conducteur-definition-usages-et-raisons-de-la-penurie-de-ce-materiau/>

[3] L. I. Berger, Semiconductor Materials. London : CRC Press;2020.doi:10.1201/9780138739966.

[4] « Semi-conducteur », Wikipédia. 1 décembre 2023. Consulté le: 6 janvier 2024. [En ligne]. Disponible sur : <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Semi-conducteur&oldid=210165623>

[5] [electrosttissemsilt.files.wordpress.com/2020/02/chapitre-i-dune-thc3a8se.pdf](https://electrosttissemsilt.files.wordpress.com/2020/02/chapitre-i-dune-thc3a8se.pdf)

[6] Sylvain JOBLOT « *Croissance d'Hétérostructures à base de GaN sur substrat de silicium orienté (001) : application aux transistors à haute mobilité d'électrons* » Thèse de doctorat Soutenue le 20 décembre 2011, Université de l'UNIVERSITE de Nice-Sophia Antipolis.

[7] Jean-Claude DE JAEGER Dispositifs HEMT à base de GaN - Matériaux et épitaxie 10 mars 2024

[8] Messaoudi Oumelkhir Contribution à l'étude des propriétés optoélectroniques de l'alliage semi-conducteur ternaire  $Y_x Ga_{1-x} N$  Université Mohamed El Bachir El Ibrahim, Bordj Bou Arréridj 2020/2021

[9] Masakatsu Suzuki, Takeshi Uenoyama "First-principles calculations of effective-mass parameters of AlN and GaN" 15 SEPTEMBER 199

[10] Baptiste Giroire. Élaboration en continu de nitrures d'éléments III en conditions supercritiques et caractérisation de leurs propriétés optiques. Matériaux. Université de Bordeaux, 2016. Français

[11] [techniques-ingenieur-fr.sndll.arn.dz/base-documentaire/electronique-photonique-th13/microelectronique-dispositifs-technologies-et-circuits-42286210/dispositifs-hemt-a-base-de-gan-e1995/](https://techniques-ingenieur-fr.sndll.arn.dz/base-documentaire/electronique-photonique-th13/microelectronique-dispositifs-technologies-et-circuits-42286210/dispositifs-hemt-a-base-de-gan-e1995/)

[12] Jean-Claude DE JAEGER Dispositifs HEMT à base de GaN - Matériaux et épitaxie 10 mars 2024

[13] Elias Al Alam, Alain Cazarré, Frédéric Morancho, Karine Isoird, Yvon Cordier. Le Nitrure de Gallium : un Matériau d'Avenir pour la Conception de Composants de Puissance Haute Tension et Haute Température. MGE 2008 4ème Colloque Matériaux du Génie Electrique, May 2008, TOULOUSE, France

- [14] Takashi Matsuoka ,APPLIED PHYSICS LETTERS, Optical bandgap energy of wurtzite InN 12 AUGUST 2002
- [15] Alevli, Mustafa, « *Growth and Characterization of Indium Nitride Layers Grown by High-Pressure Chemical Vapor Deposition.* » Dissertation, Georgia State University, 2008. p. 216
- [16] BELLAKHDAR Aissa « Etude et modélisation des phénomènes thermiques et de transport sur les performances des composants de puissance à base des hétérostructures AlGaN/GaN, AlInN/GaN »
- [17] <https://qsstudy.com/aluminium-gallium-nitride-a-semiconductor-material/>
- [18] L. Royer, Recherches expérimentales sur l'épitaxie ou orientation mutuelle de cristaux d'espèces différentes, Sté. Génér. d'Imprimerie et d'Édition. Sens, 1928. <https://doi.org/10.3406/bulmi.1928.4034>.
- [19] J. Karpiński, J. Jun, S. Porowski, "Journal of Crystal Growth", Equilibrium pressure of N<sub>2</sub> over GaN and high pressure solution growth of GaN, January–February 1984
- [20] R. Dwiliński, R. Doradziński, J. Garczyński, L. Sierzputowski, R. Kucharski, M. Zając, M. Rudziński, R. Kudrawiec, W. Strupiński, J. Misiewicz, Ammonothermal GaN substrates: Growth accomplishments and applications, Phys. Status Solidi Appl. July 2011
- [21] M. Imade, K. Murakami, D. Matsuo, H. Imabayashi, H. Takazawa, Y. Todoroki, A. Kitamoto, M. Maruyama, M. Yoshimura, Y. Mori, Centimeter-sized bulk GaN single crystals grown by the Na-flux method with a necking technique, Cryst. Growth Des. 12 (2012) 3799–3805. <https://doi.org/10.1021/cg300643r>
- [22] Hétéroépitaxie des matériaux III-N Dispositifs HEMT à base de GaN Matériaux et épitaxie Auteur(s) : Jean-Claude DE JAEGER Date de publication : 10 août 2017
- [23] Etude de la croissance et des propriétés de films minces d'AlN épitaxiés par jets moléculaires sur substrat silicium : application aux résonateurs acoustiques et perspectives d'hétérostructures intégrées sur silicium Jean-Christophe Moreno
- [24] Gabriel Tourbot Thèse « Croissance par épitaxie par jets moléculaires et détermination des propriétés structurales et optiques de nanofils InGaN/GaN » on 24 Oct 2012
- [25] Zakaria Bouchkour Croissance et caractérisation de nanostructures de nitrure d'aluminium par PECVD , 2013
- [26] microelectronique.univ-rennes1 « L'ÉPITAXIE PAR JET MOLÉCULAIRE »
- [27] Romain Cipro Thèse de Epitaxie en phase vapeur aux organométalliques et caractérisation de semi-conducteur III-As sur substrat silicium dans une plateforme microélectronique on 2 Nov 2016
- [28] J. L. Vossen and W. Kern, Eds., Thin film processes II. Boston: Academic Press, 1991

- [29] Nicolas Baron. Optimisation de l'épitaxie sous jets moléculaires d'hétérostructures à base de GaN : application aux transistors à haute mobilité d'électrons sur substrat silicium. Physique [physics]. Université Nice Sophia Antipolis, 2009. Français
- [30] Optimisation de l'épitaxie sous jets moléculaires d'hétérostructures à base de GaN : application aux transistors à haute mobilité d'électrons sur substrat silicium
- [31] Fabrice Enjalbert. Etude des hétérostructures semi-conductrices III-nitrures et application au laser UV pompé par cathode à micropointes. Matière Condensée [cond-mat]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2004.
- [32] Pierre-Marie Coulon « *Croissance et Caractérisation de Nanofils/Microfils de GaN* » Thèse de doctorat Soutenue le 20-05-2014, Université de Nice-Sophia Antipolis
- [33] Baghdadli.Tewfik.SMZ0919.pdf .Thèse Etude des propriétés structurales et électroniques de nouveaux matériaux à base d'alliages III-N pour l'optoélectronique Soutenue publiquement le 10 juillet 2009
- [34] Chaymaa Haloui. Développement et réalisation technologique de composants HEMTs en Nitrure de Gallium (GaN) présentant la fonctionnalité "Normally-Off". Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Toulouse 3 Paul Sabatier, 2021. Français.
- [35] Jean-Claude DE JAEGER Dispositifs HEMT à base de GaN - Technologie et caractérisation 10 nov. 2017
- [36] O. Ambacher, J. Smart, J. R. Two-dimensional electron gases induced by spontaneous and piezoelectric polarization charges in N- and Ga-face AlGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub> heterostructures , Journal of Applied Physics 85, 3222 (1999)
- [37] Oana Lazar. Analyse et modélisation des mécanismes de dégradation de grille des transistors à haute mobilité électronique (HEMT) de type AlGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub>. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), 2018.

**Chapitre II**

**Techniques de caractérisation**

**utilisées**

## **Introduction**

Un éventail de techniques est disponible pour caractériser la structure et la morphologie des matériaux. Dans cette section, nous nous concentrerons sur celles spécifiquement utilisées dans notre travail, en visant à une couverture exhaustive et en fournissant une explication du principe de fonctionnement de chaque appareil.

La caractérisation structurale implique généralement l'étude de la disposition atomique et de la cristallinité d'un matériau telle que la diffraction des rayons X qui permet d'analyser la structure cristalline en mesurant la diffusion par les atomes du matériau. La microscopie électronique à balayage (MEB) offre des images à l'échelle atomique, permettant une visualisation détaillée de la morphologie.

Elle se concentre sur l'observation des propriétés de surface et de la forme des matériaux. Le MEB génère des images en trois dimensions à haute résolution de la surface d'un échantillon.

En fournissant une vue d'ensemble des techniques de caractérisation utilisées, cette section vise à démontrer l'approche complète adoptée dans notre travail pour analyser la structure et la morphologie des couches étudiées.

## **II.1 Diffraction des rayons X (DRX)**

### **II.1.1 Historique des rayons X**

En 1895, Wilhelm Conrad Röntgen a découvert les rayons X à l'Université de Würzburg en Allemagne [1].

Wilhelm Conrad Röntgen et al.[1], ont conclu que les rayons X possédaient les propriétés suivantes :

- Ils peuvent traverser la matière.
- Ils peuvent impressionner les émulsions photosensibles.
- Ils peuvent provoquer la fluorescence de certaines substances.

En fonction de la nature des tissus traversés, les rayons X sont plus ou moins atténués, ce qui produit une image radiologique contrastée.

En 1916, William David Coolidge a inventé le tube à rayons X [38]. En 1920, les premiers modèles de tubes Coolidge ont été fabriqués. Au fil du temps, de nombreuses

évolutions ont eu lieu, et une variété de types de tubes sont actuellement disponibles grâce au développement technologique [2].

### II.1.2 Définition de la diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode utilisée en science des matériaux pour élucider la structure atomique et moléculaire des substances. Il s'agit d'éclairer un échantillon avec des rayons X incidents puis de mesurer l'angle de diffusion et l'intensité des rayons X diffusés par le matériau. En traçant l'intensité des rayons X diffusés en fonction de l'angle de diffusion, l'analyse de la position angulaire et de l'intensité maximale peut déterminer la structure du matériau. Cette méthode va au-delà de la mesure de la position moyenne des atomes dans le cristal et fournit des informations sur les écarts de la structure réelle par rapport à la structure idéale, tels que ceux provoqués par des contraintes ou des défauts internes [3].

#### II.1.2.1 Réseau cristallin et réseau réciproque

Les solides cristallins peuvent être conceptualisés comme des réseaux infinis s'étendant dans trois directions dans l'espace. Le réseau est caractérisé par une grille cristalline composée de trièdres de vecteurs et de nœuds qui définissent les emplacements de modèles chimiques répétitifs dans l'espace. En d'autres termes, la cellule unitaire d'un cristal est définie par un trièdre formé de trois vecteurs fondamentaux, les angles entre eux étant  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ , qu'on voit que sur la figure II-1 [4].

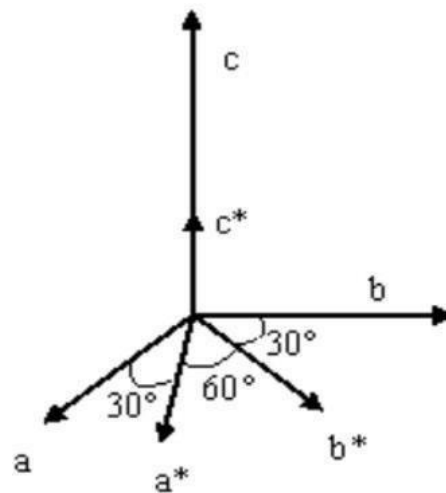


Figure II-1 Vecteurs des réseaux directs et réciproque d'un système hexagonal [5].

### II.1.2.2 La loi de Bragg

Pendant cette période, William Henry Bragg développa le diffractomètre, composé d'un tube d'émission de rayons X et d'un goniomètre. Son fils, William Lawrence Bragg, a démontré que la structure cristalline peut être exprimée comme la convolution d'une fonction de réseau qui détermine la position des pics de diffraction et d'une fonction de motif qui affecte l'intensité de ces pics. Il a également déterminé que la différence de trajet entre le rayonnement provenant de deux plans atomiques distants  $d_{hkl}$  est égale à un multiple entier de la longueur d'onde  $n\lambda$ . En connaissant l'angle de diffraction  $\theta$  [6], la loi de Bragg permet de calculer cette distance  $d_{hkl}$  :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (8)$$

$\theta$ : angle d'incidence entre le faisceau et une famille de plans réticulaires (angle de Bragg)

$\lambda$ : longueur d'onde de la radiation

$d_{hkl}$ : distance entre deux plans consécutifs d'une même famille,

$n$  : est l'ordre de diffraction

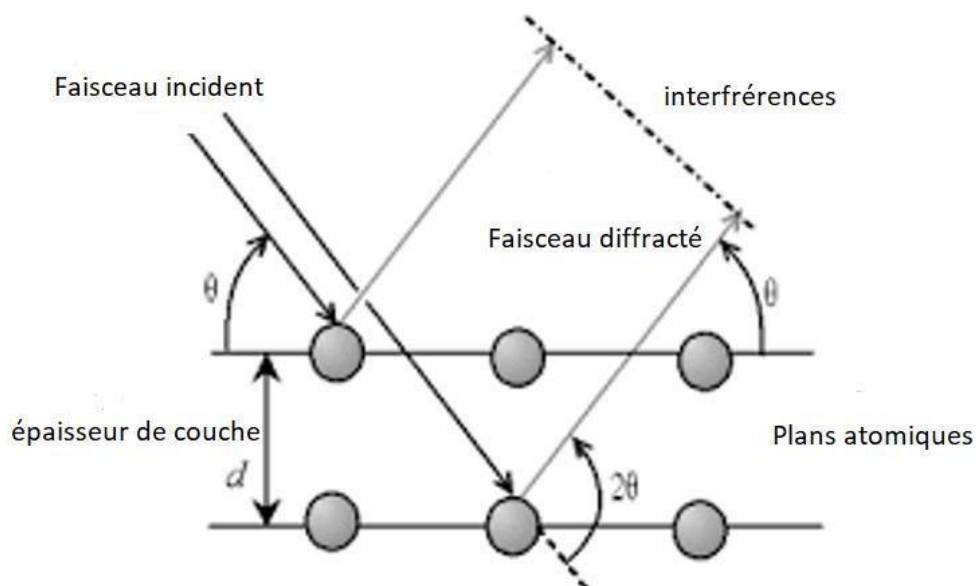


Figure II-2 Théorie de la diffraction des rayons X [7].

A partir de la loi de Bragg les remarques suivantes s'imposent :

- Une réflexion (hkl) ne peut être observée que si le plan réticulaire correspondant fait avec le rayon incident monochromatique un "angle de Bragg" bien précis [8].
- L'angle de Bragg  $\theta$  n'est pas l'angle d'incidence de l'optique, mais son complément.
- Le rayon "réfléchi" par le plan (hkl) et le rayon incident font un angle  $2\theta_{hkl}$
- En cristallographie pratique, on ne parle plus d'ordre d'interférence et la relation de Bragg est utilisée sous la forme :

$$2 \left( \frac{d_{hkl}}{n} \right) \sin \theta = 2d_{h'k'l'} \sin \theta = \lambda \quad (9)$$

Avec :  $h' = nh$ ,  $k' = nk$ ,  $l' = nl$

### II.1.3 Production des rayons X

Les rayons X, une forme de rayonnement électromagnétique, jouent un rôle crucial dans les domaines de l'imagerie médicale et de la cristallographie. Leur production est principalement assurée par des dispositifs appelés tubes à rayons X [9].

#### II.1.3.1 Les tubes à rayons X

Les tubes à rayons X sont les sources les plus couramment utilisées pour produire des rayons X. Ils fonctionnent en bombardant une cible métallique avec des électrons accélérés. Lorsque les électrons frappent la cible, ils transfèrent leur énergie aux atomes de la cible, provoquant ainsi l'émission de rayonnement X. Ce processus est connu sous le nom de "rayonnement de freinage" ou "rayonnement de Bremsstrahlung". La quantité et l'énergie des rayons X produits dépendent de la tension appliquée aux électrodes du tube et du matériau de la cible. Les tubes à rayons X sont largement utilisés dans de nombreux domaines, tels que la médecine, la recherche scientifique, l'industrie et la sécurité [10].

Il est composé d'un filament et de deux électrodes, une cathode et une anode, confinées par le vide. Lorsque le filament est chauffé, il produit des électrons. En appliquant une différence de tension entre les deux électrodes, les électrons sont accélérés vers l'anode, ce qui provoque des collisions à grande vitesse qui libèrent de l'énergie vers l'anode. Cette énergie est partiellement réfléchiée sous forme d'énergie de rayons X [11]. La figure II-3 et figure II-4 représenté le principe de tube à rayon X et la production de rayons X.

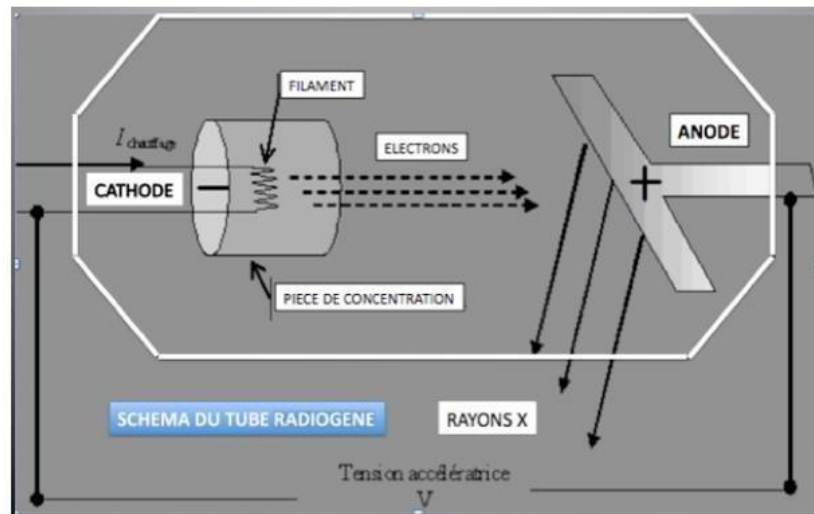


Figure II-3 Tube à rayons X [11].

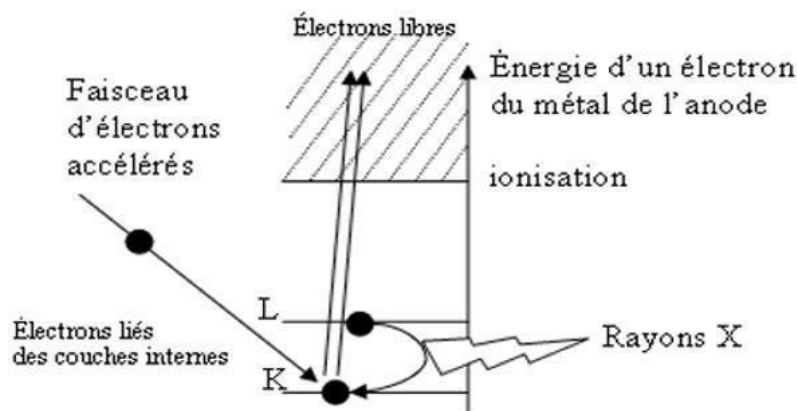


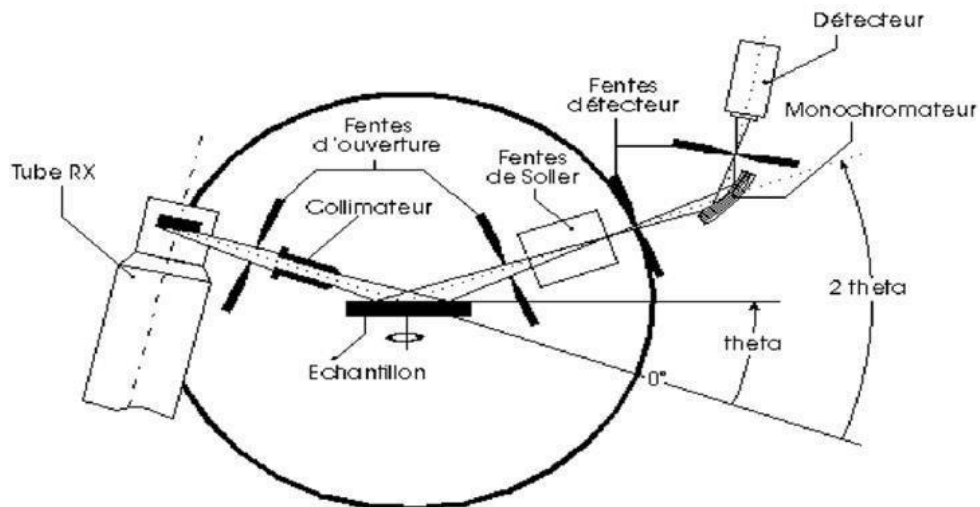
Figure II-4 Transitions électroniques responsables de la production de rayons X [12].

#### II.1.4 L'échantillon

La préparation des échantillons pour la diffraction des rayons X est une étape cruciale pour obtenir des résultats optimaux. Cette étape a un impact significatif sur la précision de l'enregistrement du diagramme de diffraction et sur les informations qui peuvent en être extraites. Par exemple, les méthodes de préparation d'échantillons polycristallins peuvent induire des orientations préférées, qui sont souvent nécessaires en raison du conditionnement de poudre requis pour préparer les échantillons plats requis pour les diffractomètres à rayons X utilisant les géométries de Bragg-Brentano. Diverses méthodes sont utilisées pour garantir une bonne formation des échantillons, telles que le broyage et la manipulation des échantillons.[13]

Dans la configuration Bragg-Brentano, les raies de diffraction sont générées avec une grande finesse et une intensité élevée. Le faisceau incident peut être ajusté à différents angles,

et le détecteur est mobile, ce qui permet de capturer le faisceau diffracté. Ce dernier converge vers un point spécifique sur le cercle de focalisation où la détection a lieu. La zone irradiée est déterminée par la taille du faisceau et l'angle d'incidence. Pendant ce temps, l'échantillon en rotation uniforme à une vitesse angulaire  $\theta$  est analysé par le détecteur positionné sur le cercle de focalisation, lequel tourne autour de l'échantillon à une vitesse de  $2\theta$  [14], comme présenté sur la figure II-5.



**Figure II-5** Trajet du faisceau en géométrie Bragg-Brentano,  $\theta$  angle d'ouverture,  $\theta$  angle incident,  $2\theta$  angle de diffraction [15].

## II.1.5 Techniques expérimentales de diffraction

### II.1.5.1. Principe de Diffractomètre

Un diffractomètre est un appareil utilisé en cristallographie pour analyser la diffraction des rayons X par un échantillon cristallin. Son fonctionnement repose sur le phénomène de diffraction des rayons X par les plans cristallins de l'échantillon, fournissant ainsi des informations sur sa structure atomique. Pour ce faire, le diffractomètre utilise un cristal monochromatique afin de produire des rayons X de longueur d'onde spécifique, qui sont ensuite diffractés par l'échantillon. En mesurant les angles et l'intensité des rayons X diffractés, il devient possible de déterminer la structure cristalline de l'échantillon [16].

### II.1.5.2 Méthode de Debye-scherrer

La méthode Debye-Scherrer est une technique d'analyse par diffraction des rayons X utilisée pour étudier la structure cristalline des matériaux. Elle consiste à bombarder un échantillon avec des RX et à mesurer les angles de diffraction pour déterminer la structure et les paramètres de maille du cristal. Cette méthode est souvent utilisée pour analyser des échantillons pulvérulents ou polycristallins [17].

### II.1.5.3 Chambre de Debye-scherrer

Cette configuration est la plus élémentaire. L'échantillon est contenu dans un tube de verre, appelé « capillaire », rempli de poudre et exposé à une source fixe de rayons X. Il est placé au centre d'un cercle qui supporte un film photographique. Les rayons X diffractés se présentent sous forme de cônes, ce qui, une fois imprimé sur le film, se traduit par des cercles appelés « anneaux de Debye » [18]. LA figure II-6 illustre la chambré de Debye-scherrer

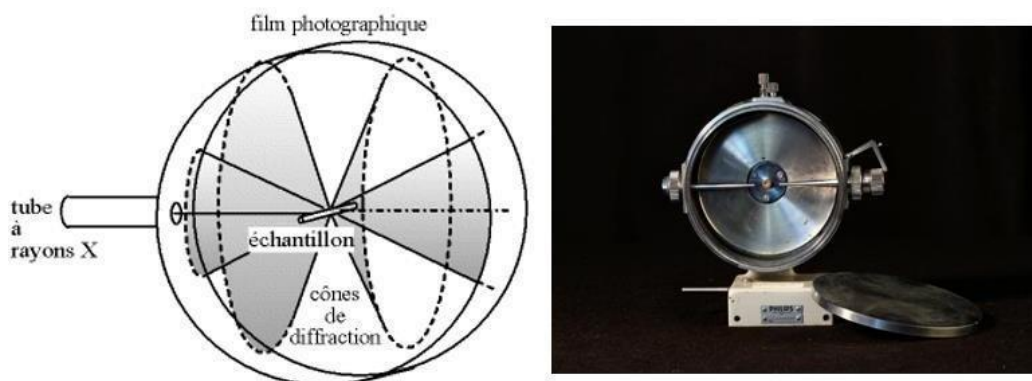
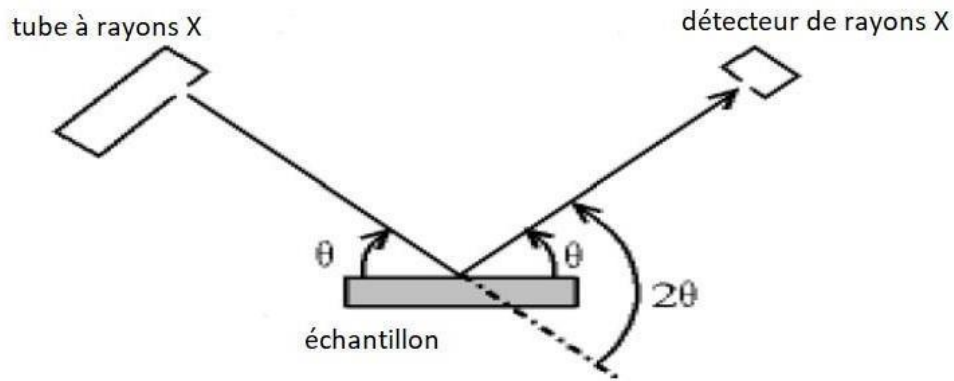


Figure II-6 Chambré de Debye-scherrer [19].

### II.1.5.4 Méthode de Bragg-Brentano

La méthode Bragg-Brentano, également connue sous le nom de géométrie par réflexion, est une technique de diffraction des rayons X utilisée pour caractériser la structure cristalline des matériaux. Dans cette méthode, les rayons X incidents et diffusés sont générés à partir d'une source fixe et sont tous deux orientés selon des angles fixes par rapport à l'échantillon. L'échantillon est monté sur un support rotatif afin que des diagrammes de diffraction couvrant une large gamme d'angles de diffusion puissent être obtenus. Cette technologie est largement utilisée dans l'analyse de la phase cristalline, la détermination des paramètres de réseau et la recherche sur la texture des matériaux cristallins et les contraintes résiduelles.[20] la figure II-7 montre la définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano :



**Figure II-7 Définition des angles dans le montage de Bragg-Brentano [21].**

### II.1.6 L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) des solides

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) est une méthode puissante et non destructive largement utilisée pour examiner la composition et la structure cristalline des échantillons solides. Cette technique est essentielle dans de nombreux domaines de la science des matériaux, la géologie, la chimie, et la pharmacologie, permettant de caractériser les substances dans leur état solide.

Cette approche fournit une analyse précise et non invasive des échantillons, facilitant la détermination de leur composition minéralogique, de leur structure cristalline, ainsi que de leurs caractéristiques physiques. Ces informations sont cruciales pour élucider l'origine, le développement et les impacts environnementaux des matériaux étudiés.

### II.1.7 Les applications de la méthode de diffraction des Rayons X

La méthode de diffraction des rayons X est utilisée dans de nombreuses applications, notamment :

- Analyse de la structure cristalline : La diffraction des rayons X est largement utilisée pour déterminer la structure cristalline des matériaux. Cette méthode permet d'identifier la position des atomes dans un cristal, les distances interatomiques et les angles de liaison.[22]
- Caractérisation des matériaux : La diffraction des rayons X est utilisée pour caractériser différents types de matériaux, tels que les céramiques, les polymères, les métaux, les alliages, les minéraux, etc. Elle fournit des informations sur la composition, la phase cristalline, la texture, la taille des grains, les contraintes résiduelles, etc [23].

- Étude des réactions chimiques : La méthode de diffraction des rayons X est utilisée pour étudier les réactions chimiques, y compris les réactions de synthèse de nouveaux matériaux. Elle peut fournir des informations sur la cinétique des réactions, les phases intermédiaires, les produits de réaction [24].
- Détermination de la structure des protéines : La diffraction des rayons X est largement utilisée en biologie structurale pour déterminer la structure tridimensionnelle des protéines. Cette technique permet de résoudre la structure atomique des protéines et des complexes protéiques, ce qui est crucial pour comprendre leur fonction biologique [25].
- Caractérisation des couches minces et des revêtements : La diffraction des rayons X est utilisée pour caractériser les couches minces et les revêtements sur les substrats. Elle fournit des informations sur l'épaisseur des couches, la structure cristalline, la qualité de l'interface [26].

## **II.2 Caractérisation morphologique**

### **II.2.1 Microscopie électronique à balayage**

La microscopie électronique à balayage est une méthode d'observation des échantillons qui permet d'obtenir des images à haute résolution de leur surface en exploitant les interactions entre les électrons et la matière [27].

La microscopie électronique à balayage est largement utilisée dans divers domaines scientifiques, notamment dans le domaine médical, biologique, mais aussi dans l'industrie des semi-conducteurs, de la métallurgie et des céramiques. Cet outil de caractérisation des matériaux solides, qu'ils soient pulvérulents ou massifs, permet de visualiser la forme et la taille des particules, la topographie, les défauts, les fractures, ainsi que les faciès et textures des minéraux et matières premières [28].

#### **II.2.1.1 Historique du Microscopie électronique à balayage**

En 1926, Hans Busch pose les fondements de l'optique électromagnétique et décrit le fonctionnement des lentilles électroniques. En 1928, lors d'une conversation à Vienne, Leo Szilard et Dennis Gabor envisagent sérieusement la création d'un microscope électronique, tout en exprimant des doutes sur la "survie" des échantillons [29].

Dès 1928, Adolf Matthias, professeur à l'Université Technique de Berlin, charge Max Knoll de diriger une équipe de recherche sur la réalisation d'un microscope électronique, avec des

étudiants tels que Ernst Ruska et Bodo von Borries. En 1931, Max Knoll, Ernst Ruska et Ernst Brüche décrivent le principe d'un microscope électronique en transmission comme illustré sur la figure II-8 [29].

L'histoire de la microscopie à balayage découle en partie des travaux théoriques du physicien allemand Hans Busch sur la trajectoire des particules chargées dans les champs électromagnétiques. En 1926, il a démontré que de tels champs pouvaient être utilisés comme des lentilles électromagnétiques, établissant ainsi les principes fondateurs de l'optique électronique géométrique. À la suite de cette découverte, l'idée d'un microscope électronique a pris forme, et deux équipes se sont intéressées à tester cette possibilité : celle de Max Knoll et Ernst Ruska de l'Université technique de Berlin, et celle d'Ernst Brüche des laboratoires EAG.

Cette compétition scientifique a conduit à la construction en 1932, par Knoll et Ruska, du premier microscope électronique en transmission. Ce microscope a ouvert la voie à une nouvelle ère de visualisation en permettant l'observation d'échantillons à une échelle bien plus petite que ce qui était possible avec les microscopes optiques traditionnels [29].

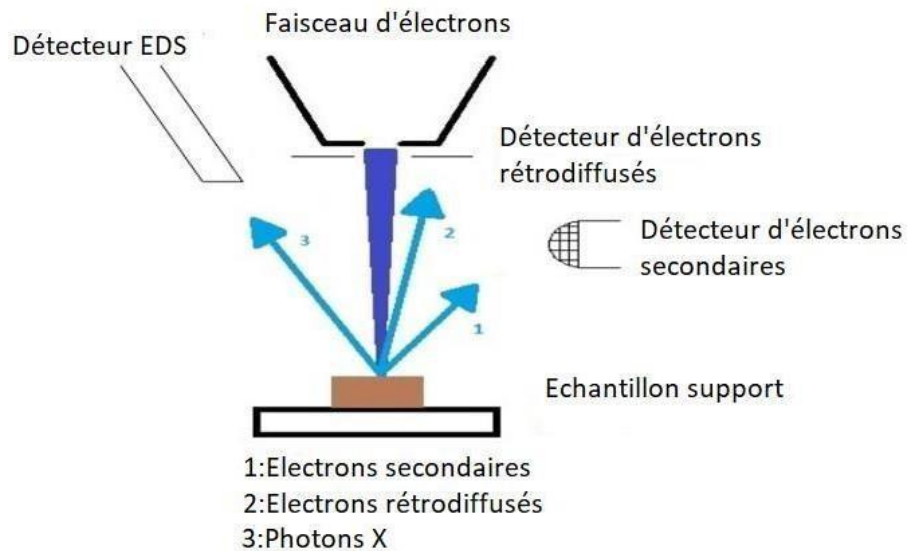


**Figure II-8 Ernst RUSKA et Ernst BRÜCHE [29].**

### **II.2.1.2 Principe de la microscopie électronique à balayage**

Dans un microscope électronique à balayage (MEB), un faisceau électronique est dirigé vers la surface d'un échantillon, balayant celle-ci. Cette interaction entre les électrons et la matière génère divers types d'émissions, comme détaillé dans la figure II-9. Les électrons secondaires sont utilisés pour créer une image de la surface de l'échantillon, fournissant un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés produisent une image présentant un

contraste chimique sur une surface plane. Enfin, la détection de photons X permet la réalisation d'une analyse chimique par spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) [30].



**Figure II-9 Principe de la microscopie électronique à balayage [30].**

Le MEB repose sur l'interaction entre les électrons et la matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser, ce qui génère des interactions au niveau de la surface de l'échantillon [31].

Ces interactions sont :

✓ **Les électrons secondaires ES :**

Lorsque le faisceau d'électrons incident entre en interaction avec les électrons de l'atome de l'échantillon, cela engendre la production d'électrons secondaires, connus sous le nom de « Secondary Electrons » (SE). Ces électrons sont émis à partir d'une couche très proche de la surface et sont donc utilisés pour créer des images représentant la topographie de ladite surface. (figure II-10-a) [32].

✓ **Les électrons rétrodiffusés ER :**

Les "Backscattered Electrons" (BSE) sont les électrons du faisceau initial qui sont réfléchis en arrière par l'échantillon après avoir subi une ou plusieurs collisions élastiques. (Figure 10-b) [32].

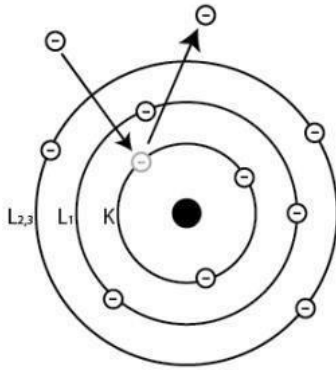


Figure II-10-a Électron secondaire [32].

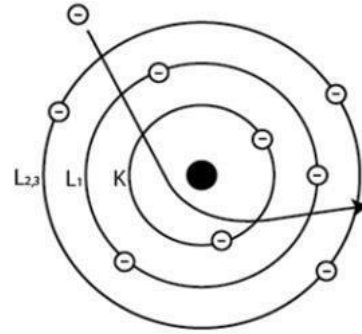


Figure II-10-b Électron rétrodiffusé [32].

Un microscope électronique à balayage se compose principalement des éléments suivants [30], comme illustré sur la figure II-11 :

- Une colonne maintenue sous vide secondaire
- Une source d'électrons, appelée canon, associée à un dispositif de haute tension pour accélérer les électrons.
- Un ensemble de lentilles électromagnétiques, appelées condenseurs, qui forment un faisceau fin et intense.
- Une lentille électromagnétique finale, appelée "objectif", qui permet de focaliser le faisceau sur la surface à examiner.
- Un diaphragme objectif.
- Un dispositif de déflexion contrôlé par un générateur de balayage.
- Une platine porte-objet mobile.
- Des détecteurs.
- Un système de visualisation d'image synchronisé avec le générateur de balayage.

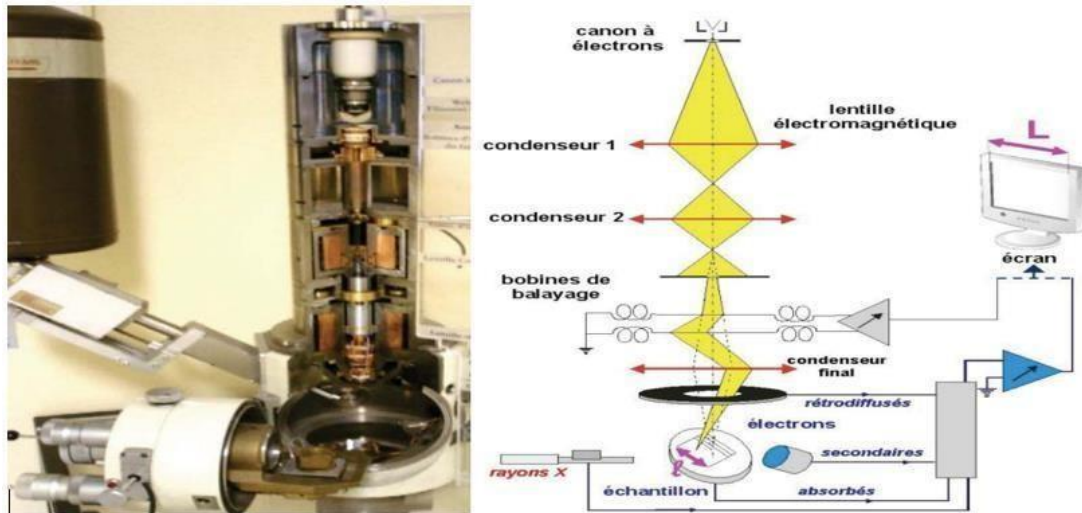


Figure II-11 Coupe d'une colonne Joël 35CF (document CMTC) et schéma de principe du microscope électronique à balayage [33].

### II.2.1.3 Constitution d'un microscope électronique à balayage

#### II.2.1.3.1 Le canon à électron

Le canon à électrons crée un faisceau électronique par émission thermoïonique à partir d'un filament métallique chauffé à haute température. Ce filament agit en tant que cathode, tandis que l'anode, positivement chargée par rapport à la tension du filament, attire les électrons et les accélère dans la colonne en direction de l'échantillon grâce à un champ électrique puissant créé entre l'anode et la cathode.[34] La colonne du microscope comprend plusieurs éléments, notamment un condensateur (une lentille électromagnétique) et des bobines de déflexion utilisées pour le balayage. La figure II-12 représente le schéma du principe du canon thermoélectronique

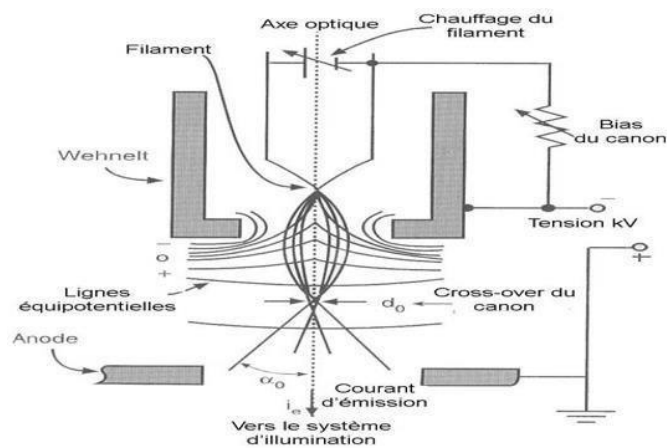


Figure II-12 Schéma du principe du canon thermoélectronique [35].

### II.2.1.3.2 Détecteur d'électrons secondaire

Les détecteurs sont constitués d'un scintillateur et d'un photomultiplicateur. Les électrons secondaires à faible énergie émis sont soumis à un faible potentiel d'environ 200 V, les attirant. Le scintillateur convertit ensuite ces électrons en photons, qui sont à leur tour convertis en électrons par le photomultiplicateur. Une série de dynodes amplifie ces électrons pour produire un signal détectable [36], (figure II-13).

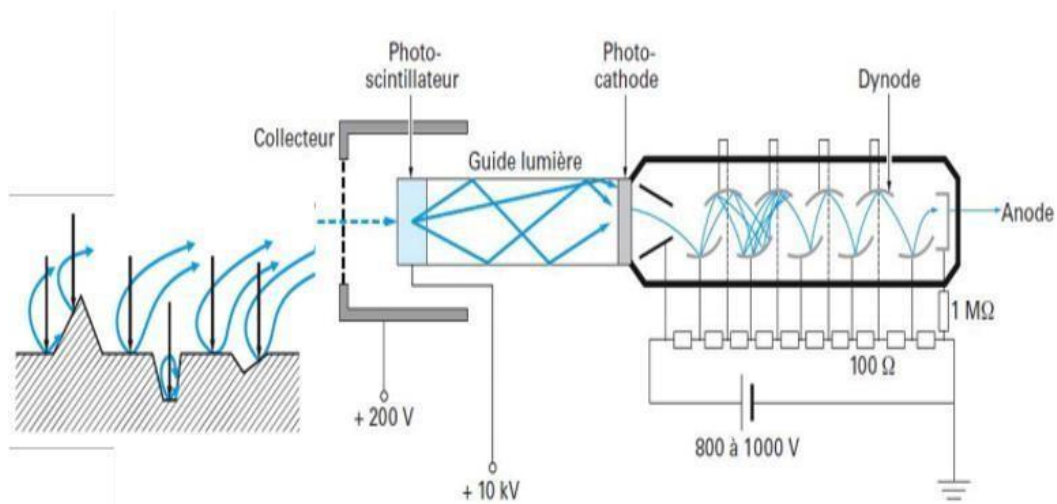


Figure II-13 Le principe de la détection des électrons rétrodiffusés [37].

### II.2.1.3.3 Détecteur d'électrons rétrodiffusés

Ces détecteurs sont constitués d'un semi-conducteur, formant une jonction pn, et ont une forme de disque. Les électrons de haute énergie, en raison de leur grande énergie cinétique (5-40 keV), ne sont pas déviés par un faible potentiel. Par conséquent, ils ne sont pas captés par le détecteur des électrons secondaires, qui ne reçoit que les électrons rétrodiffusés provenant des parties visibles de l'échantillon [38]. la figure II-14 représente le principe du Détecteur d'électrons rétrodiffusés.

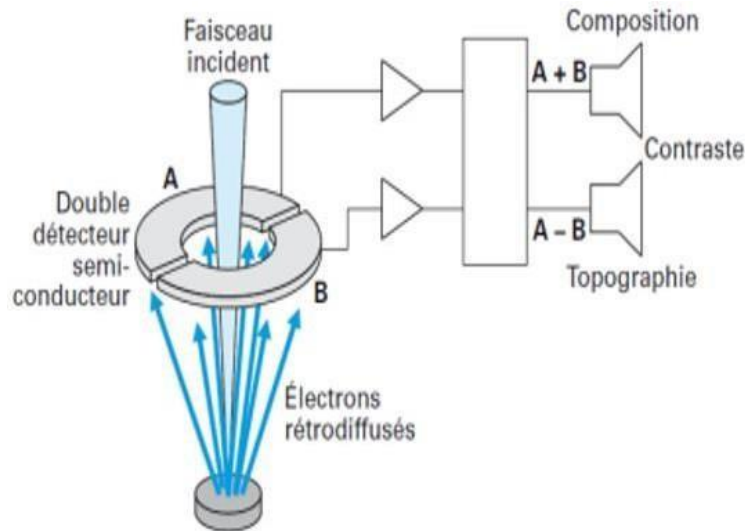


Figure II-14 Le principe du Détecteur d'électrons rétrodiffusés [37].

#### II.2.1.4 Application du Microscope Électronique à Balayage

Le Microscope Électronique à Balayage est une puissante technique d'imagerie utilisée dans une variété d'applications scientifiques et industrielles pour l'analyse et la caractérisation des matériaux à l'échelle microscopique.[39] Les utilisations du MEB sont les suivantes :

- Image de surface cellulaire ou de matériau.
- Immunomarquage des protéines de surface par billes d'or.
- Imagerie en mode électrons rétrodiffusés.
- Analyse des matériaux biologiques.
- Analyse des défauts et des fractures.
- Contrôle qualité et développement de produits.
- Recherche en nanotechnologie.

#### Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exposé les principes de deux techniques de caractérisation qui seront employées dans ce travail : la diffraction des rayons X pour la caractérisation structurale et la microscopie électronique à balayage pour la caractérisation morphologique. Nous avons également retracé leur historique, examiné leur théorie sous-jacente et mis en évidence leurs avantages respectifs.

## **Bibliographie du chapitre II**

[1] Les rayons X et l'histoire de leurs propriétés « Proposé par Institut national de l'audiovisuel  
Date de diffusion : 14 déc. 1956 »

[2] GENERALITES SUR LES RAYONS X PRODUCTION ET PROPRIETES TUBE A RAYON X « univ ency- education.com»

[3] <https://www.jove.com/v/10446/x-ray-diffraction-for-determining-atomic-and-molecular-structure?language=French>

[4] Christophe Aronica "La diffraction des rayons X Principes et applications d'une méthode de caractérisation des arrangements atomiques dans les solides cristallisés" novembre 2010

[5] <https://culturesciencesphysique.ens-lyon.fr/ressource/Diffraction-rayons-X-techniques-de-termination-structure.xml>

[6] Michel Dubus. Diffraction des rayons X appliquée au patrimoine. Arqueometría. Estudios analíticos de materiales arqueológicos, Ediciones Instituto Francés de Estudios Andinos, Université Bordeaux Montaigne, Universidad de Tarapacá, 2018, Travaux de l'Institut Français d'Études Andines,

[7] Philippe Kirsch. Etude et réalisation par lithographie électronique de dispositifs à ondes acoustiques de surface à structure multicouche : des filtres pour la bande X aux capteurs de liquide. Autre. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2007. Français

[8] Pierre Cravereau (Professeur Université Bordeaux 1 "Introduction à la pratique de LA DIFFRACTION DES RAYONS X PAR LES POUDRES " 2012

[9] La production des rayons X et leur utilisation <https://www.futura-sciences.com/sciences/questions-reponses/physique-production-rayons-x-leur-utilisation-6365/>

[10] Progrès réalisés dans la Construction des Tubes à Rayons X pour Cristallographie par Stanislas Goldszajn Laboratoire de Minéralogie, Strasbourg, France (Soumis le 23 mai 1955)

[11] [cardio-paramed.com/radioprotection/rayons-x](http://cardio-paramed.com/radioprotection/rayons-x)

[12] CHRISTOPHE ARONICA "DIFFRACTION DES RAYONS X TECHNIQUES ET ÉTUDES DES STRUCTURES CRISTALLINES" CULTURE SCIENCES PHYSIQUE 28/10/2009

[13] Mémoire CRISTALLOGRAPHIE ET MODELISATION MOLECULAIRE par Mr. Sahraoui Badreddine « UNIVERSITE ABD ELHAMID IBN BADIS – MOSTAGANEM Faculté des Sciences et de la Technologie »

- [14] Michel Dubus. Diffraction des rayons X appliquée au patrimoine. Arqueometría. Estudios analíticos de materiales arqueológicos, Ediciones Instituto Francés de Estudios Andinos, Université Bordeaux Montaigne, Universidad de Tarapacá, 2018, Travaux de l'Institut Français d'Études Andines, 978-612- 4358-02-9. fffal-01908481
- [15] Etude de l'effet de la radiolyse de l'eau sur la lixiviation de la zirconolite September 2007 par Magaly Tribet
- [16] Barnabé, Antoine, and Patrick Rozier. "L'enseignement de la cristallographie en sciences des matériaux." *Actualité Chimique (L')* 387 (2014): 57-62
- [17] Wikipédia Méthode de Debye-Scherrer [https://fr.wikipedia.org/wiki/M%C3%A9thode\\_de\\_Debye-Scherrer](https://fr.wikipedia.org/wiki/M%C3%A9thode_de_Debye-Scherrer)
- [18] Méthode Debye Scherrer fiche-IUT-Debye-Scherrer.pdf par Bordas Jonathan ; Jarry Bertrand année 2013-2014
- [19] <https://www.collecsciences.universite-paris-saclay.fr/le-musee/instruments-patrimoine-scientifique/chambre-de-debye-scherrer/>
- [20] Natan Capobianco, Gauthier Roisine ,culturesciences "Le siècle de la cristallographie : de la diffraction des rayons X à la cristallographie (2/2)" 06.12.17
- [21] HEIG-VD Travail de recherche documentaire – MI Rayons X Réalisé par : Hamdaoui Karim-Ahmed Le 13.01.2009
- [22] malvernpanalytical « Détermination de la structure cristalline
- [23] fastercapital Diffraction des rayons x comprendre les matériaux cristallins ,17 Mar 2024
- [24] « La diffraction des rayons X : une technique puissante pour résoudre certains problèmes industriels et technologiques » <http://chimienouvelle.be/CN116web/CN166%20serna.pdf>
- [25] Jean Cavarelli « Détermination des structures 3D des macromolécules biologiques par diffraction X. Partie 1 » ,10 sept. 2009
- [26] Liu Yang. Caractérisation de couches minces de ZnO élaborées par la pulvérisation cathodique en continu. Autre. Université du Littoral Côte d'Opale, 2012. Français.
- [27] <https://slideplayer.fr/slide/13898037/>
- [28] TRAVAUX PRATIQUES LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE <https://www.unilim.fr/sermiel/wp-content/uploads/sites/5/2012/10/TP-Master-1.pdf>
- [29] Histoire de la microscopie électronique à balayage Par François Grillon (Centre des Matériaux de l'EMP) et Jacky Ruste(EDF R&D)Décembre 2010
- [30] <https://mea.edu.umontpellier.fr/meb/>

[31] cnrsm « Microscope Electronique à Balayage Environnemental (ESEM) »

[32] Nasar Nabeebaccus. Développement du mode environnemental en microscopie électronique à balayage pour la caractérisation et l'étude de la matière organique dans des roches de schiste. CSTJF Total Pau, lundi 22 août 2016

[33] <https://excerpts.numilog.com/books/9782759800827.pdf>

[34] Boussoukaya, M., and A. Septier. "Canon à électrons à forte brillance utilisant une cathode en borure de lanthane." *Revue de Physique Appliquée* 11.5 (1976): 603-607.

[35] LE CANON À ÉLECTRONS ET LES LENTILLES CONDENSEUR : ILLUMINATION  
<http://physique.unice.fr/sem6/20082009/PagesWeb/MET/canon.html>

[36] El Abdary, H., et al. "Etude et réalisation d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés à faible bruit pour l'imagerie in situ." *Journal de Physique III* 1.1 (1991): 125-139.

[37] Chapitre I : Microscope électronique à balayage ([telum.umc.edu.dz](http://telum.umc.edu.dz))

[38] Gérard, Pascal, et al. "Système de mesure de l'énergie d'électrons rétrodiffusés en fonction de l'angle d'émission." *Journal de Physique III* 2.6 (1992): 1015-1027.

[39] <https://sfa.univ-poitiers.fr/imageup/wp-content/uploads/sites/31/2014/11/Microscopie-%C3%A9lectronique-pour-la-biologie.pdf>

# **CHAPITRE III**

## **MANIPULATIONS**

### **Résultats et discussions**



Match3 pour déterminer les caractéristiques cristallines des échantillons et comparer les résultats avec ceux obtenus par la diffraction des rayons X.

### III.1 Logiciel Match3

Le logiciel Match3 est un outil spécialisé utilisé pour analyser les données de diffraction des rayons X (DRX), et il aide les chercheurs à déterminer la structure cristalline des matériaux. Lorsque les rayons X traversent un matériau cristallin, ils interagissent avec les atomes et se diffractent à des angles spécifiques qui dépendent de l'arrangement atomique à l'intérieur du cristal. Cette diffraction produit des motifs qui peuvent être analysés pour déduire des détails sur la structure atomique du matériau. La figure III-2 représente l'interface du logiciel Match3 :

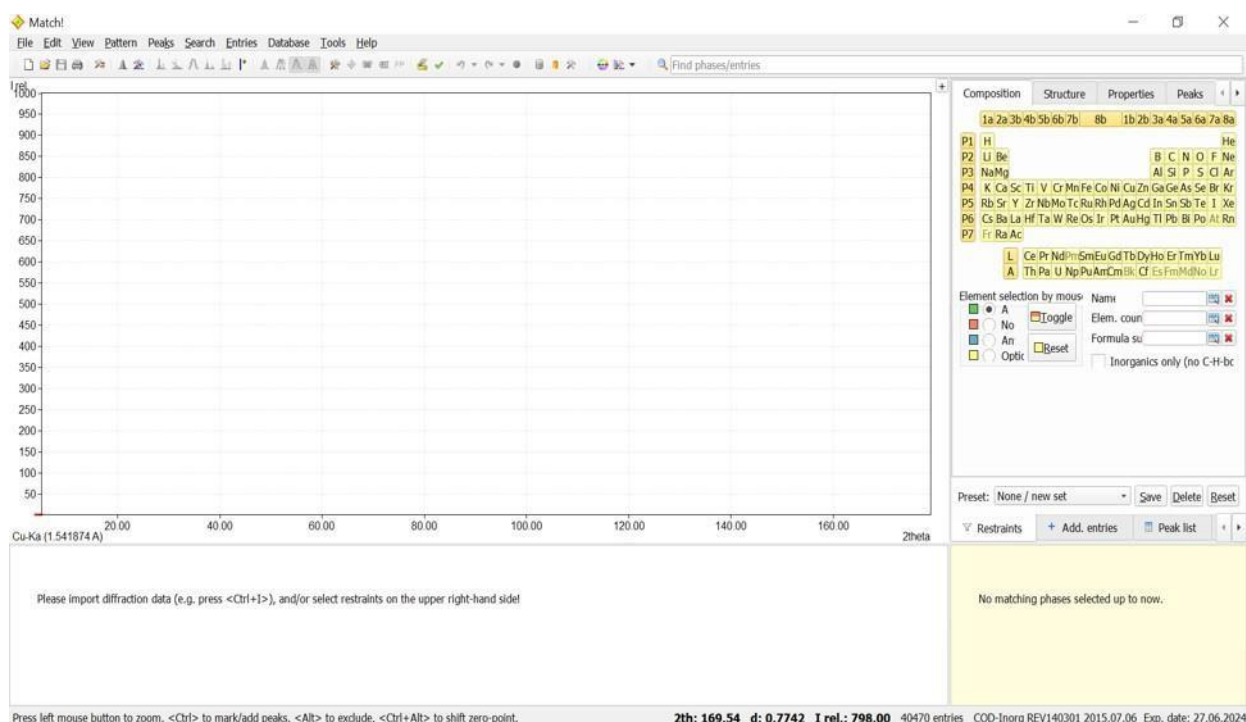


Figure III-2 Logiciel Match3

#### III.2.1 Fonctions du logiciel

- **Analyse des données** : Match3 analyse les données générées par les expériences de diffraction des rayons X. Le logiciel utilise ces données pour calculer les angles de diffraction et leur intensité, ce qui fournit des informations sur la structure cristalline.
- **Détermination de la structure** : En comparant les résultats obtenus avec des bases de données ou des modèles de référence, Match3 peut fournir des interprétations

concernant la structure cristalline du matériel. Cela se fait en faisant correspondre les motifs de diffraction des rayons X avec des motifs connus pour certains matériaux.

- **Tracé des courbes :** Le logiciel trace des courbes qui montrent comment l'intensité des rayons X diffractés varie avec les différents angles. Ces courbes sont importantes pour comprendre comment les atomes sont distribués à l'intérieur du cristal.

### III.3 Les étapes utilisées pour ce travail :

Le traitement de surface des échantillons est une étape cruciale avant toute caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) ou microscope électronique à balayage (MEB). Nous avons utilisé le protocole de nettoyage suivant :

- ✓ Bain à ultrasons avec de l'acétone pendant 10 minutes.
- ✓ Bain à ultrasons avec de l'éthanol pendant 10 minutes.
- ✓ Séchage à l'azote.

#### III.3.1. Caractérisation structurelle par diffraction de rayon X :

##### III.3.1.1. Appareillage

L'appareil utilisé est un Rigaku ultima IV et L'Ultima IV se distingue comme le modèle de pointe des systèmes de diffraction de rayons X (DRX) multi-usages comme illustré sur la figure III-3. Équipé de la technologie d'optiques à faisceau croisé (CBO) brevetée par Rigaku, qui offre des géométries parallèles et de focalisation fixes, toujours installées et modifiables à la demande de l'utilisateur, ce diffractomètre à rayons X est capable d'effectuer une vaste gamme de mesures de manière rapide.

Le diffractomètre utilise un faisceau incident provenant de la raie  $K\alpha_1$  du cuivre ( $\lambda=1,54056$  Å, 40 kV/40 mA), le diffractomètre est exploité en mode «  $\theta - 2\theta$  ». La collecte des données se réalise sur différents intervalles : de ( $0^\circ < 2\theta < 10^\circ$ ) avec un pas de mesure de  $0,01^\circ$ ,  $10^\circ < 2\theta < 80^\circ$  avec un pas de mesure de  $0,02^\circ$ , et de  $0^\circ < 2\theta < 100^\circ$  avec un pas de mesure de  $0,05^\circ$  [1].



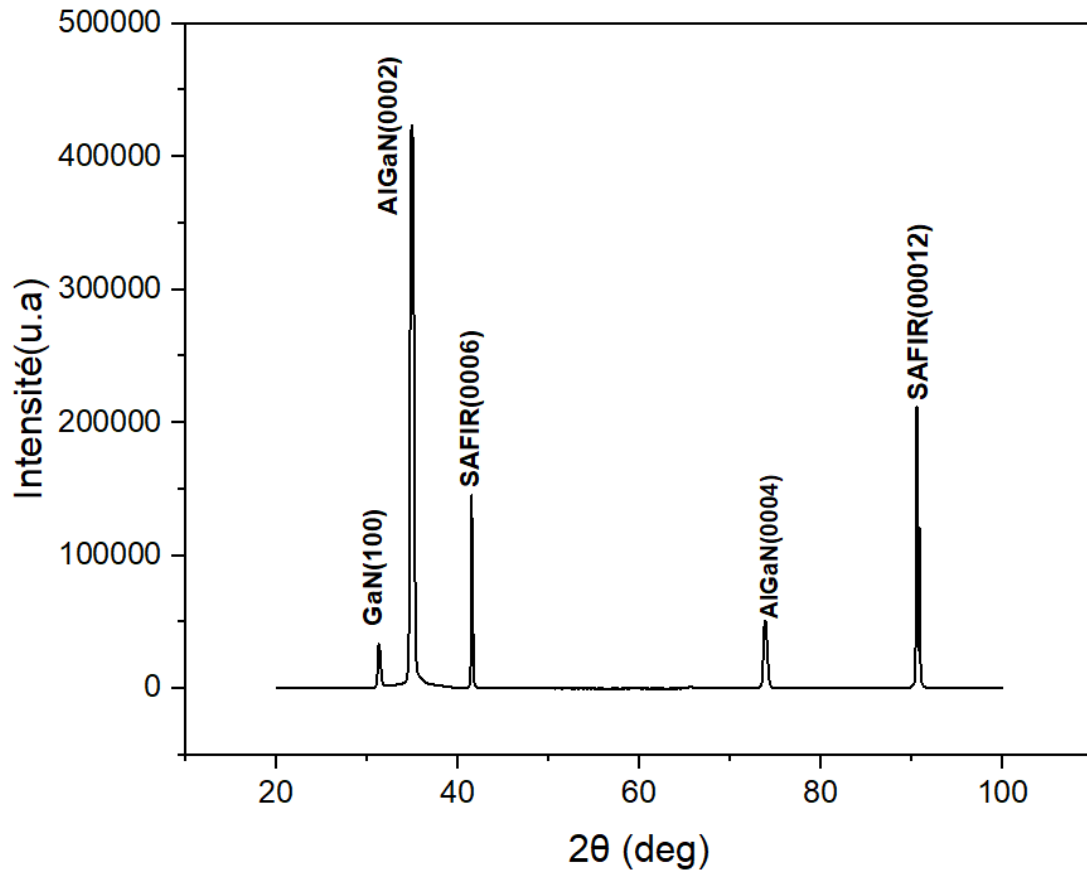
Figure III-3 Diffraction des rayons X de Tlemcen « Rigaku ultima IV ».

Les étapes que nous suivons pour la mise en œuvre de la technique de caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) :

- **Préparation des échantillons** : Nous nous assurons que les échantillons sont correctement préparés pour l'analyse. Dans notre cas, il s'agit d'un traitement de surface.
- **Ouverture de la porte de l'appareil** : Nous appuyons sur le bouton "DOOR LOCK" (le bouton doit clignoter et émettre un bip sonore), puis faites coulisser la porte pour l'ouvrir.
- **Chargement des échantillons** : Nous plaçons les échantillons préparés au centre du MPU-4, Porte-échantillon, un dispositif spécialement conçu pour maintenir les échantillons en place pendant l'analyse.
- **Fermeture de l'appareil** : Nous faisons glisser la porte pour la fermer complètement et appuyons de nouveau sur le bouton "DOOR LOCK" pour sécuriser la porte et commencer l'analyse.

### III.3.1.2 Spectre de DRX sur les échantillons d'AlGaN

#### III.3.1.2.1 AlGaN sur saphir non intentionnellement dopé



**Figure III-4 Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGaN non intentionnellement dopé sur saphir.**

L'analyse par diffraction des rayons X réalisée sur la couche d'AlGaN déposée sur saphir révèle plusieurs pics caractéristiques de l'AlGaN (Figure III-4), situés à des angles précis :  $31,36^\circ$  pour le plan (100) de GaN,  $34,90^\circ$  pour l'AlGaN (0002),  $41,50^\circ$  pour le saphir (0006),  $73,85^\circ$  pour l'AlGaN (0004) et  $90,85^\circ$  pour le saphir (00012). Ces observations corroborent parfaitement celles documentées dans les recherches antérieures, notamment celles de Prashant Tyagi et al. [2] comme illustré dans la figure III-5, et celles de D. Korakakis, K. F. Ludwig, Jr et T. D. Moustakas, présentées dans la figure III-6 [3]. Ces résultats confirment que la couche d'AlGaN sur saphir est polycristalline et cristallise selon la structure hexagonale de type Wurtzite.

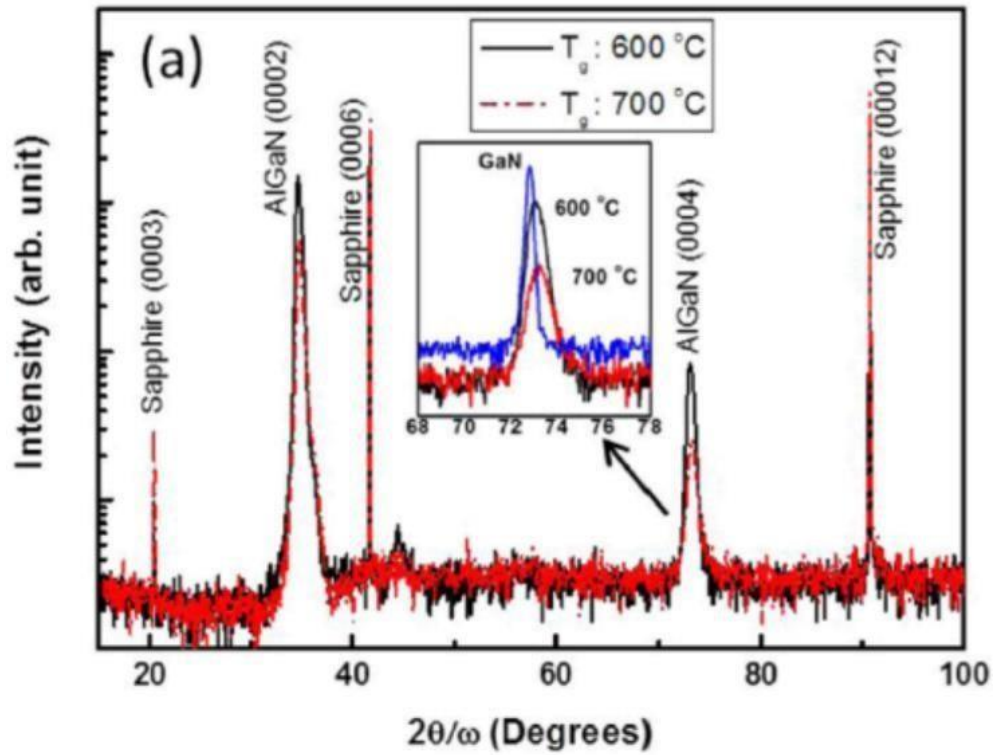


Figure III-5 Spectre de Diffraction des rayons X réalisé sur la couche de AlGaN par Prashant Tyagi et al. [2].

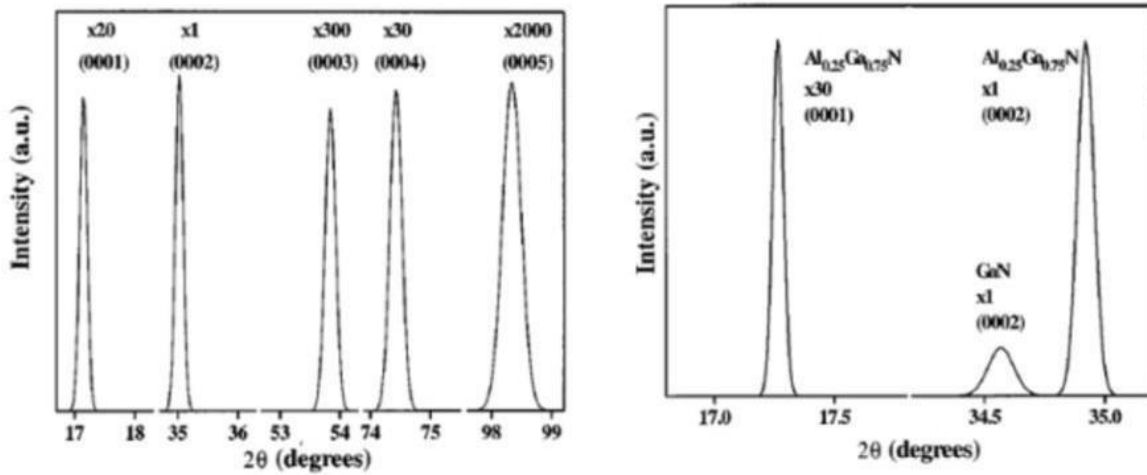
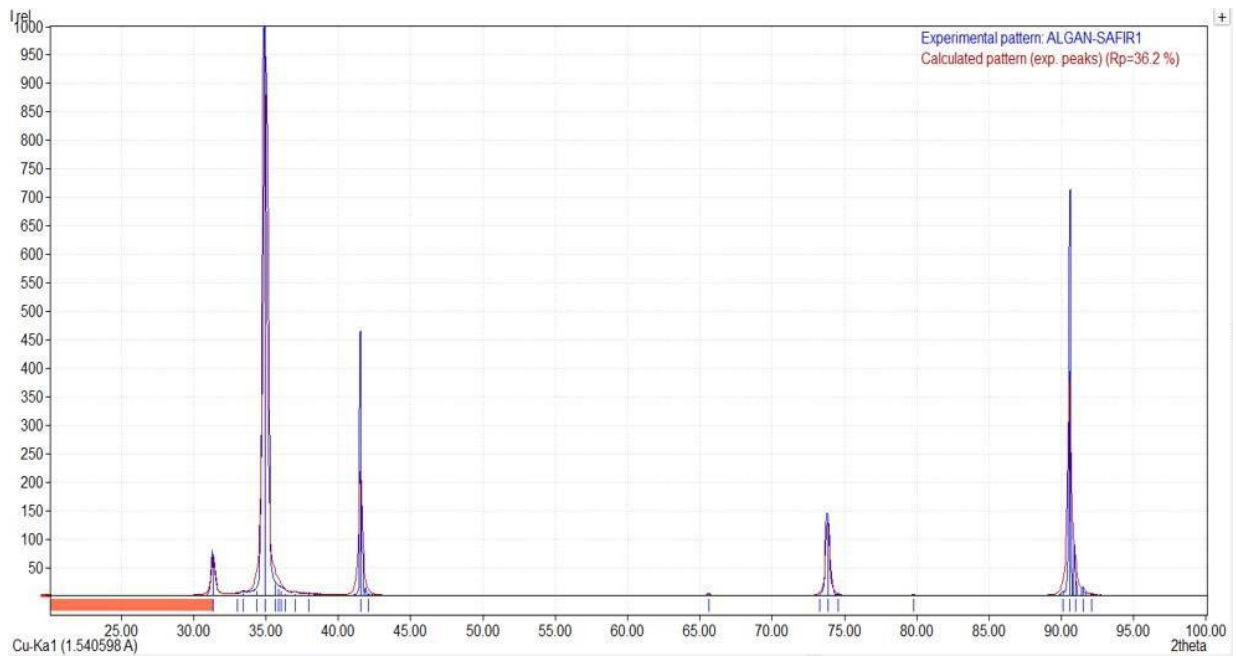


Figure III-6 Spectre de Diffraction des rayons X réalisé sur la couche de AlGaN par D. Korakakis et al. [3].

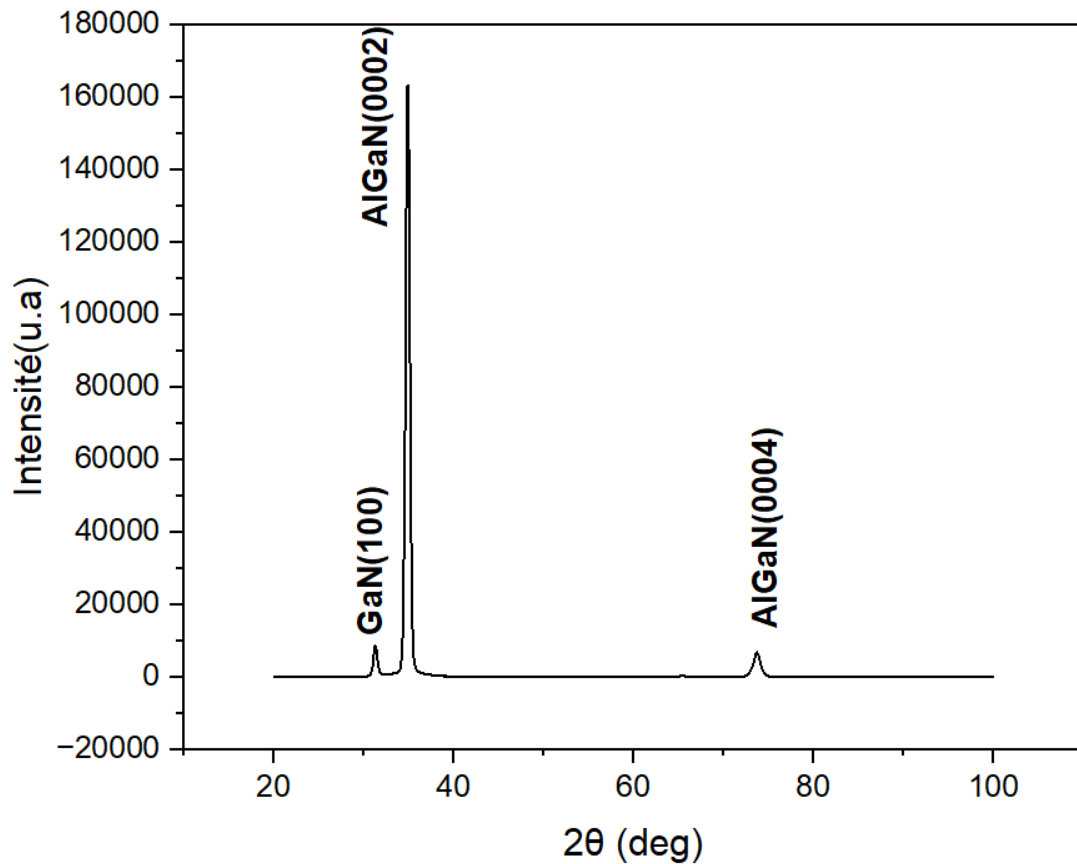
Nous avons également introduit les valeurs obtenues à partir des diffractions des rayons X dans le logiciel Match, et les résultats obtenus sont présentés dans la figure III-7.



**Figure III-7 Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGaN sur saphir par le logiciel Match 3.**

Comme illustré dans la figure III-7, les angles de diffraction  $2\theta$  pour l'AlGaN sont de  $34,95^\circ$  et  $73,85^\circ$ , pour le saphir à  $41,56^\circ$  et  $90,59^\circ$ , et pour le GaN à  $31,36^\circ$ .

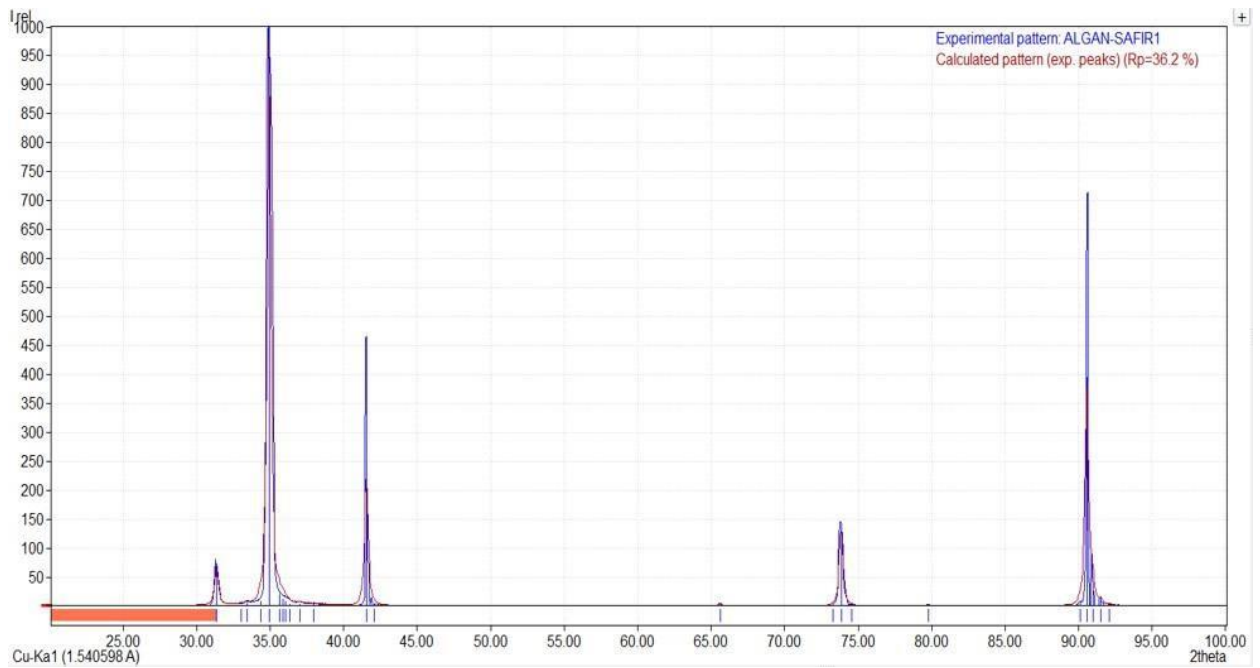
## III.3.1.2.2 AlGaN dopé Mg sur saphir :



**Figure III-8 Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGaN dopé au Mg sur saphir.**

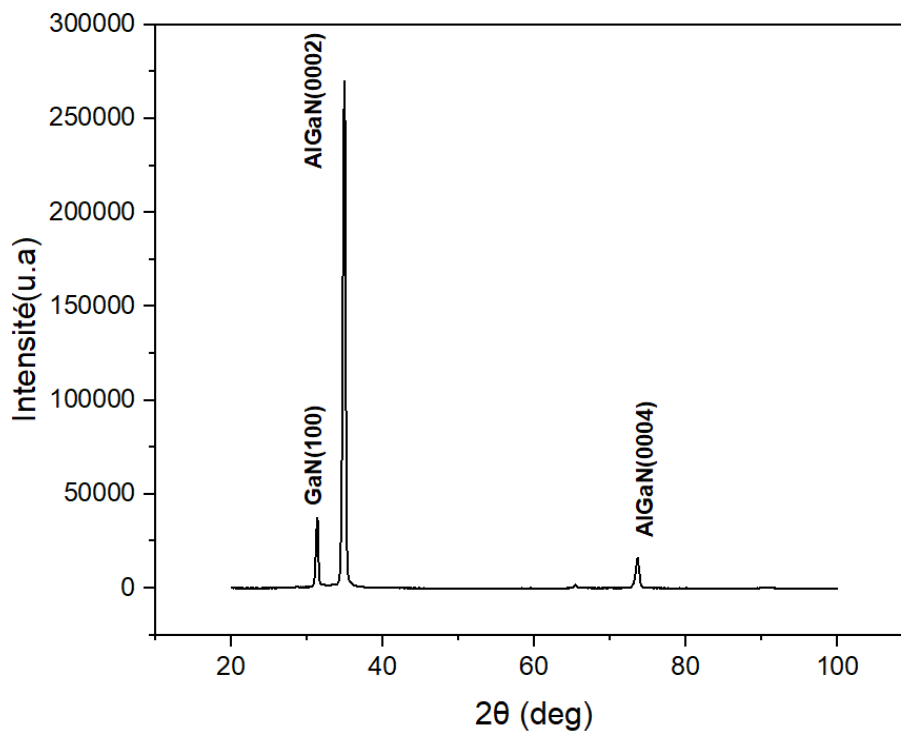
Le spectre de diffraction des rayons X obtenu sur la couche d'AlGaN dopée au Mg (Figure III-8) révèle un pic caractéristique de l'AlGaN à un angle compris entre  $34^\circ$  et  $35^\circ$  [3]. On observe également des pics correspondant au AlGaN à des angles de  $34,90^\circ$  et  $73,61^\circ$ . Aussi la présence du pic caractéristique GaN à  $31,36^\circ$ . Ces observations confirment que la couche d'AlGaN dopé Mg sur saphir possède une structure polycristalline et cristallise selon la phase hexagonale (Wurtzite).

Et aussi, nous retrouvons les mêmes valeurs en utilisant le logiciel Match 3 lorsque nous avons saisi les valeurs obtenues à partir des diffractions des rayons X, comme le montre la figure III-9.

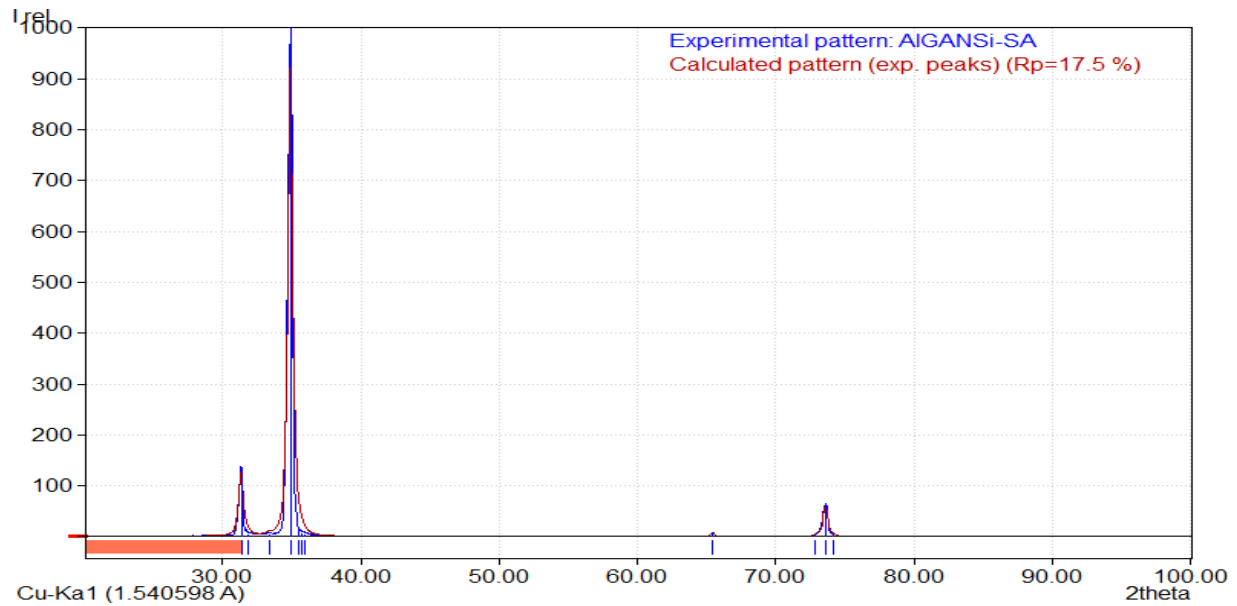


**Figure III-9 Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGaN dopé au Mg sur saphir par le logiciel Match 3.**

**III.3.1.2.3 AlGaN dopé Si sur saphir :**



**Figure III-10 Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGaN dopé au Si sur saphir.**



**Figure III-11 Spectre de Diffraction des rayons X (DRX) réalisé sur la couche de AlGaN dopé au Si sur saphir par le logiciel Match 3.**

Le spectre de diffraction des rayons X obtenu à partir de la couche d'AlGaN dopée au Si révèle des angles de  $34,90^\circ$  et  $73,61^\circ$ , caractéristique de l'AlGaN (Figure III-10) qui confirmés par logiciel Match 3 (Figure III-11). Aussi la présence du pic caractéristique GaN à  $31,36^\circ$ . Ces observations confirment que la couche d'AlGaN dopé Si sur saphir possède une structure polycristalline et cristallise selon la phase hexagonale (Wurtzite).

### III.3.2 Caractérisation morphologique par microscopie électronique à balayage

#### III.3.2.1. Appareillage

Nous procéderons à l'observation de la morphologie des échantillons en utilisant le microscope électronique à balayage HITACHI TM-1000 installé à la faculté de sciences de l'université de Tlemcen. Cela sera réalisé après avoir introduit les échantillons dans le microscope et effectué plusieurs agrandissements. La figure III-12 représente le microscope à utiliser :

Le microscope électronique à balayage HITACHI TM-1000 fonctionne par balayage d'un faisceau d'électrons sur l'échantillon pour en obtenir des images de surface à haute résolution. Avant l'observation, l'échantillon est préparé et introduit dans une chambre à vide, où un vide est créé pour permettre un balayage efficace. Un canon à électrons génère et dirige le faisceau, qui interagit avec l'échantillon en provoquant l'émission d'électrons secondaires. Ces électrons

sont captés et transformés en images numériques, analysées pour étudier la composition et la structure de l'échantillon.

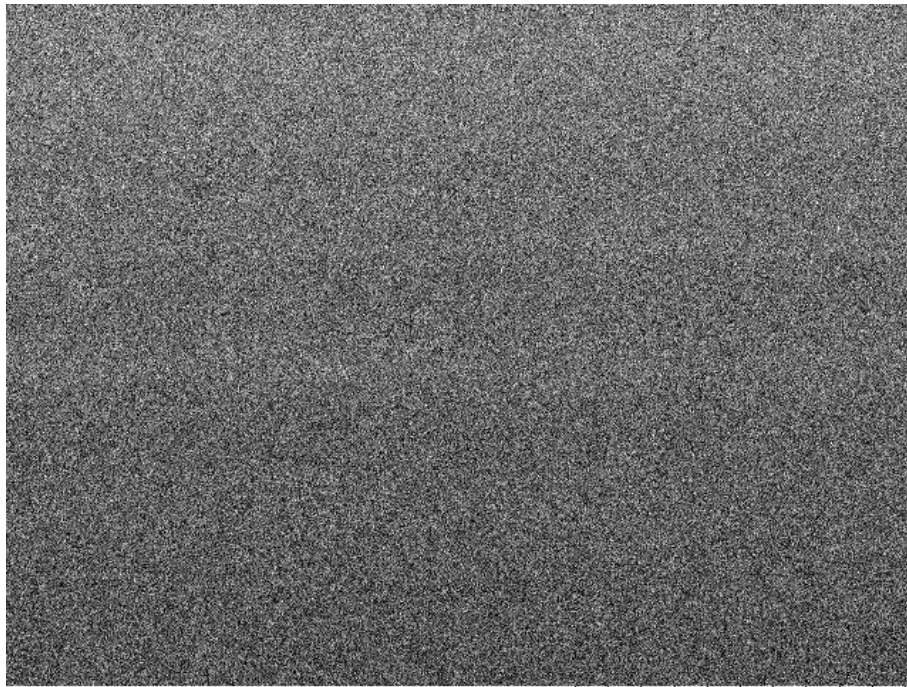


**Figure III-12 Microscopie électronique à balayage (MEB) « Hitachi TM-1000 ».**

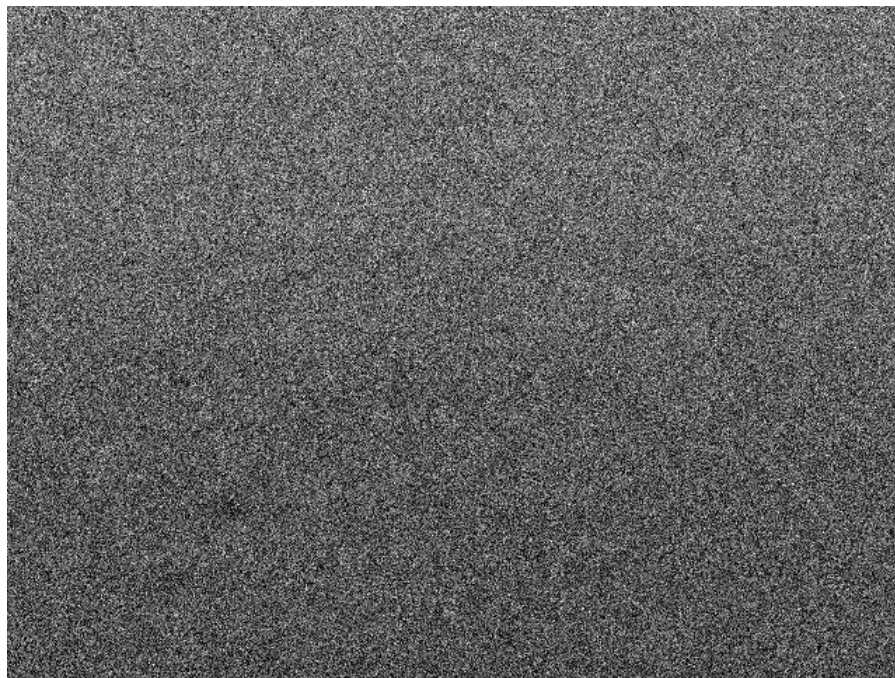
### **III.3.2.2 les résultats obtenus par microscopie électronique à balayage (MEB)**

Nous avons obtenu plusieurs résultats suite à divers grossissements, en utilisant les valeurs de grossissement ( $\times 1k$ ,  $\times 2k$ ,  $\times 2.5k$ ,  $\times 5k$ ,  $\times 10k$ ). Les figures suivantes illustrent les résultats des images obtenues pour les trois échantillons différents : AlGaN non intentionnellement dopé sur saphir, AlGaN dopé Mg sur saphir, et AlGaN dopé Si sur saphir.

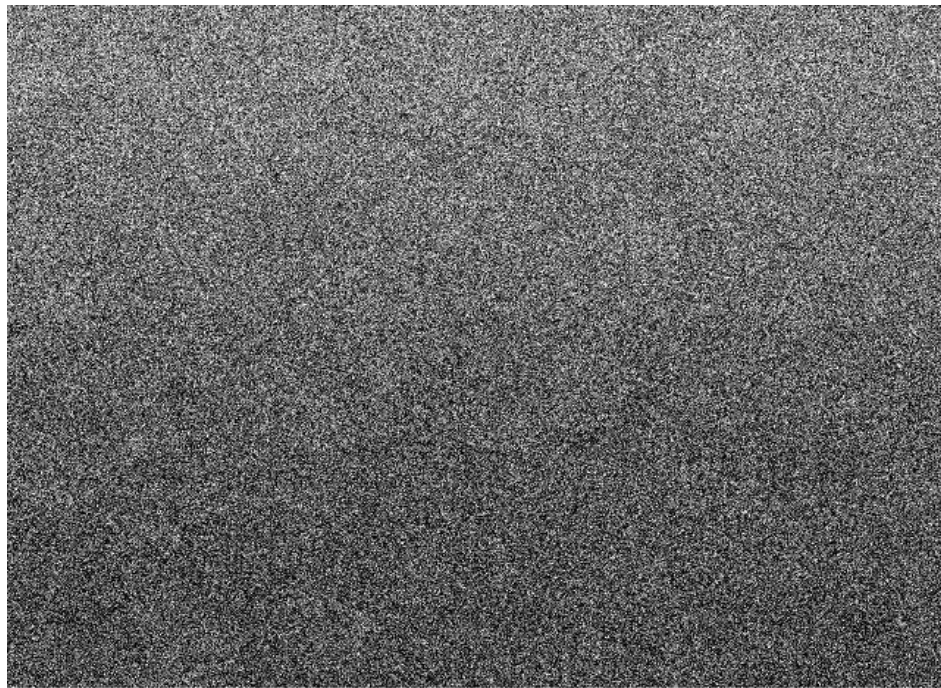
III.3.2.2.1 AlGaN sur saphir non intentionnellement dopé



A) 2024/03/27 14:14 D2.3 x2.5k 30 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN

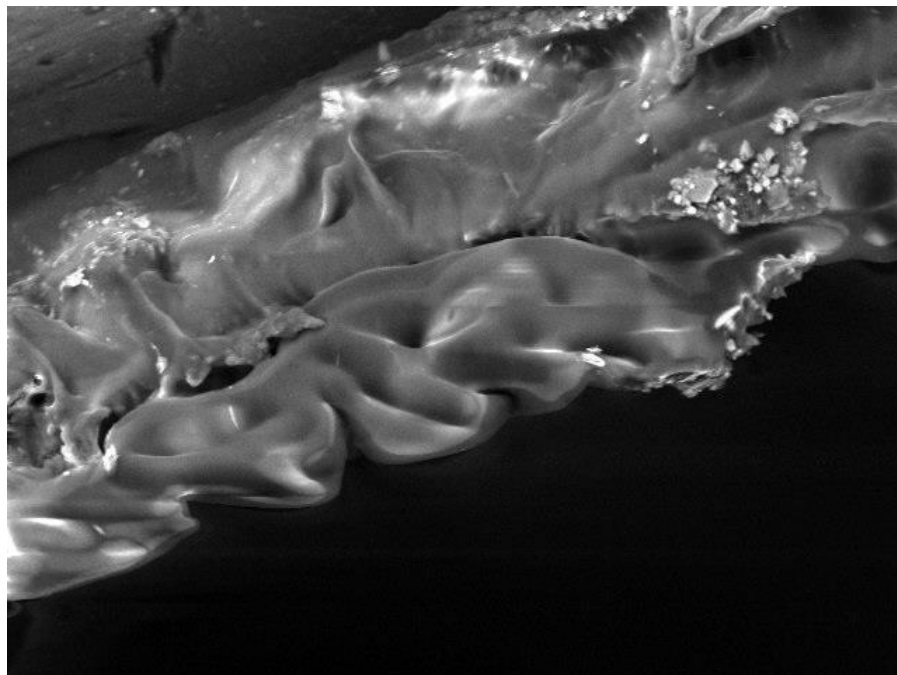


B) 2024/03/27 14:13 D2.3 x5.0k 20 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN

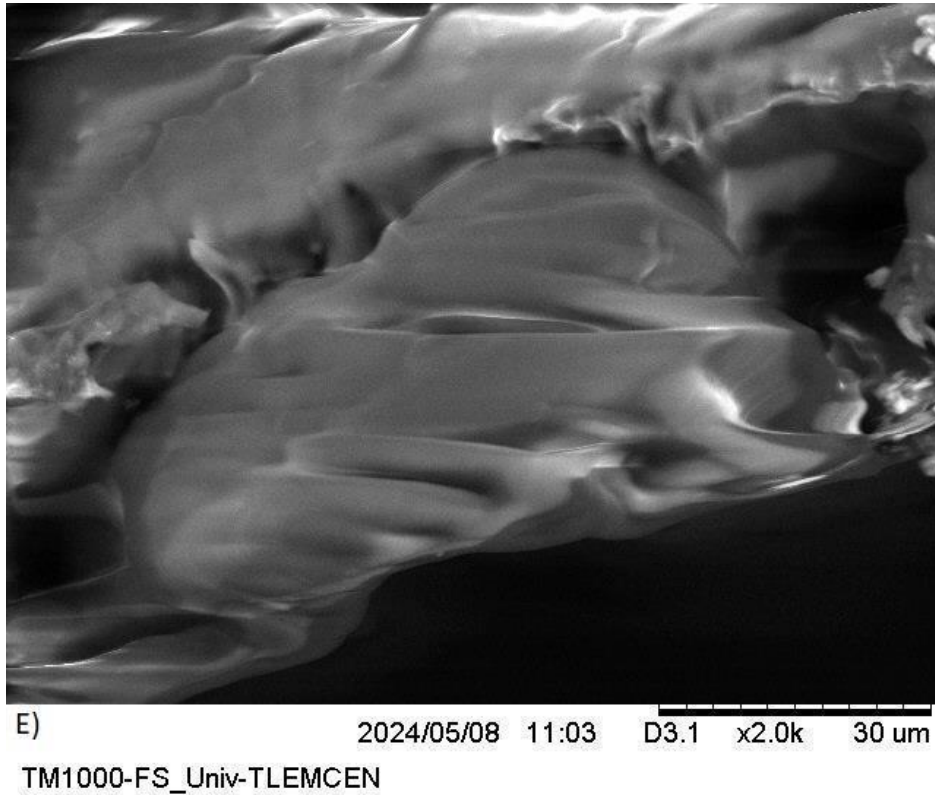


C) 2024/03/27 14:12 D2.3 x10k 10 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN

**Figure.III.13 A-B-C : Les images MEB réalisées sur la couche d'AlGaIn sur saphir avec différents grossissements ( $\times 2.5k$ ,  $\times 5k$ ,  $\times 10k$ ).**



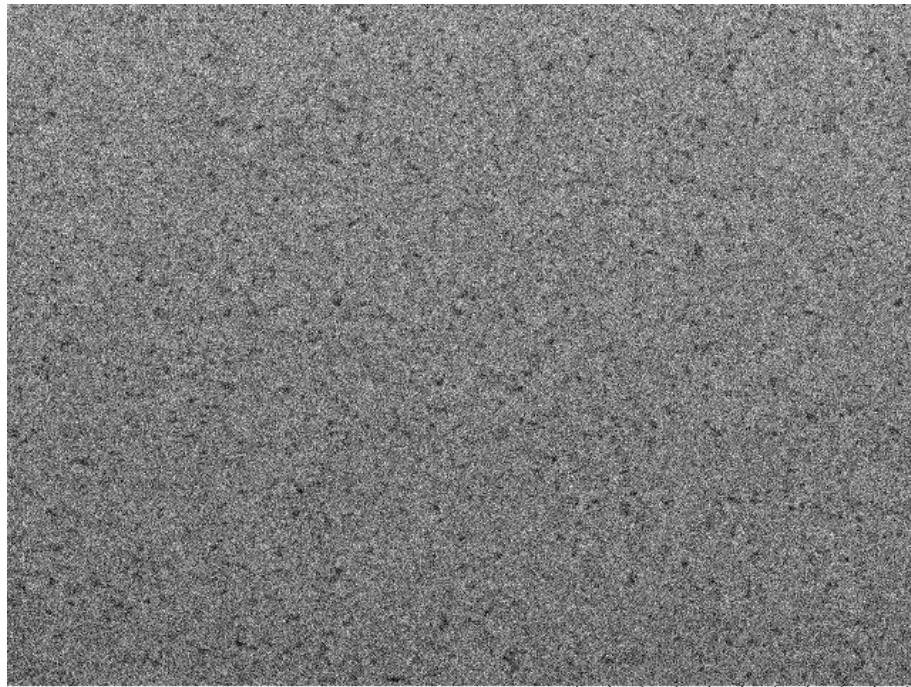
D) 2024/05/08 11:02 D3.1 x1.0k 100 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN



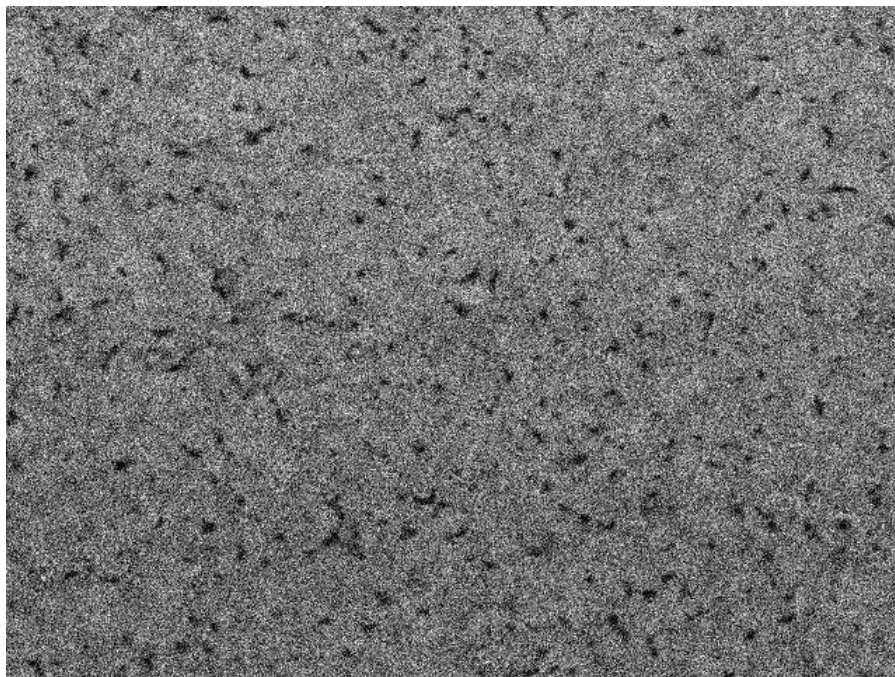
**Figure.III.13 D-E : Les images MEB réalisées sur la couche d'AlGaN (sur la tranche) sur saphir avec différents grossissements ( $\times 1k$ ,  $\times 2k$ ).**

L'analyse morphologique que nous avons réalisée à l'aide du microscope électronique à balayage a révélé plusieurs résultats concernant notre premier échantillon (AlGaN sur saphir) après avoir effectué plusieurs agrandissements différents. Comme nous pouvons le remarquer, la surface de l'échantillon est lisse et les grains du matériau sont homogènes, bien que quelques rares impuretés soient présentes. Les figures III.13 D et E réalisées sur la tranche révèlent la couche d'AlGaN.

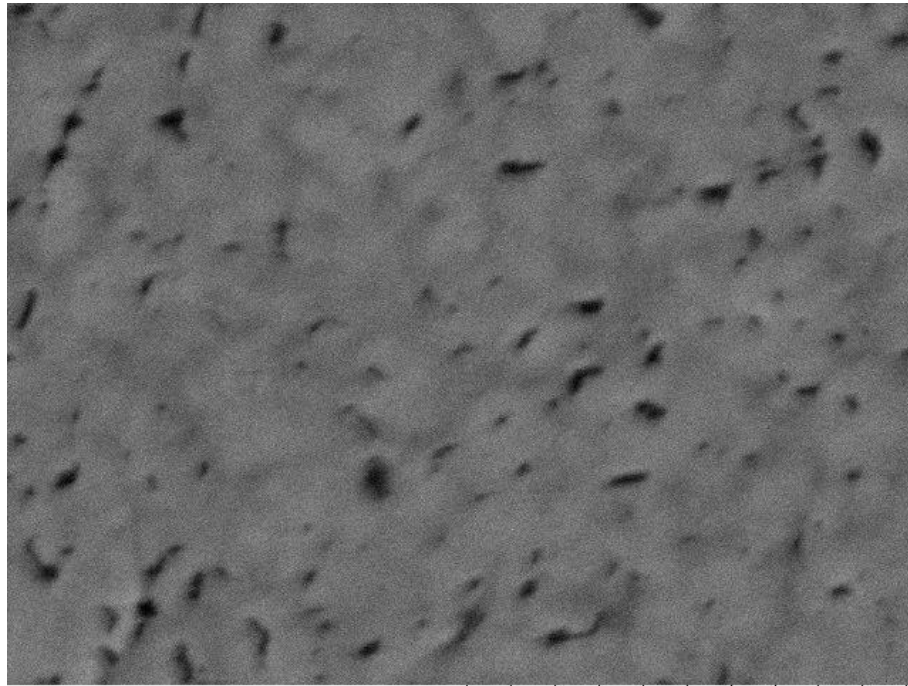
## III.3.2.2 AlGaN sur substrat saphir, dopé au Magnésium :



F) 2024/03/27 13:59 D3.4 x2.5k 30 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN

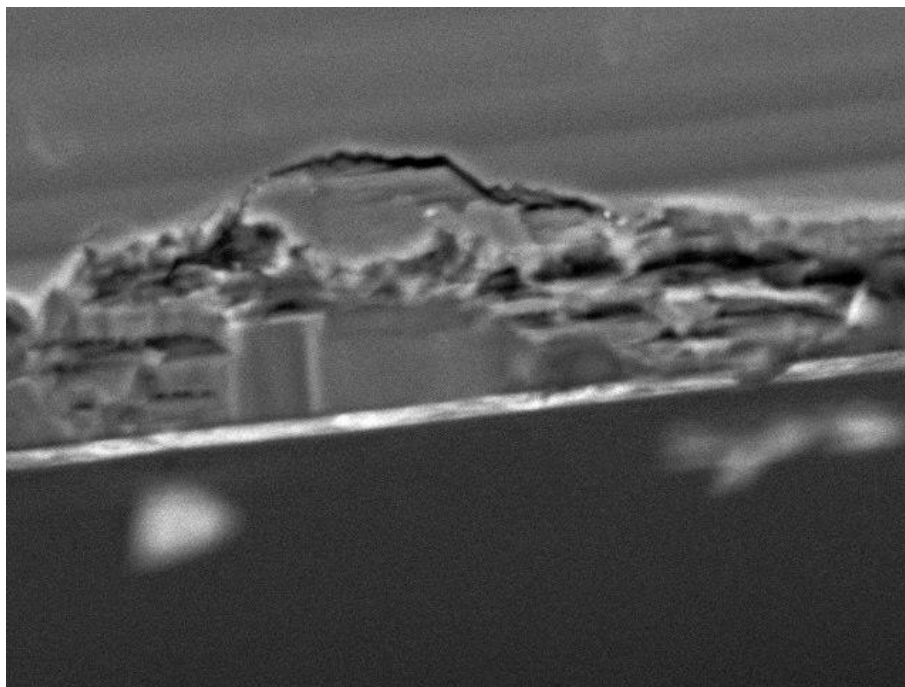


G) 2024/03/27 13:57 D3.4 x5.0k 20 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN

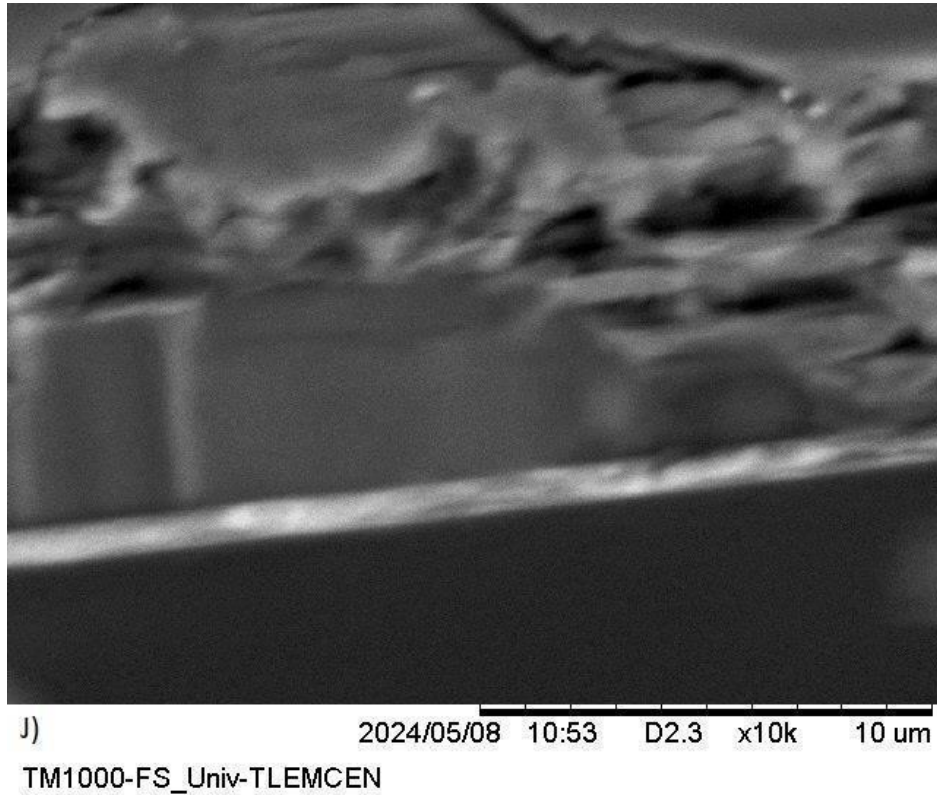


H) 2024/05/08 10:33 D2.0 x10k 10 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN

**Figure III-13 F-G-H : Les images MEB réalisées sur la couche d’AlGa<sub>N</sub> dopé au Mg sur saphir avec différents grossissements (×2.5k, ×5k, ×10k).**



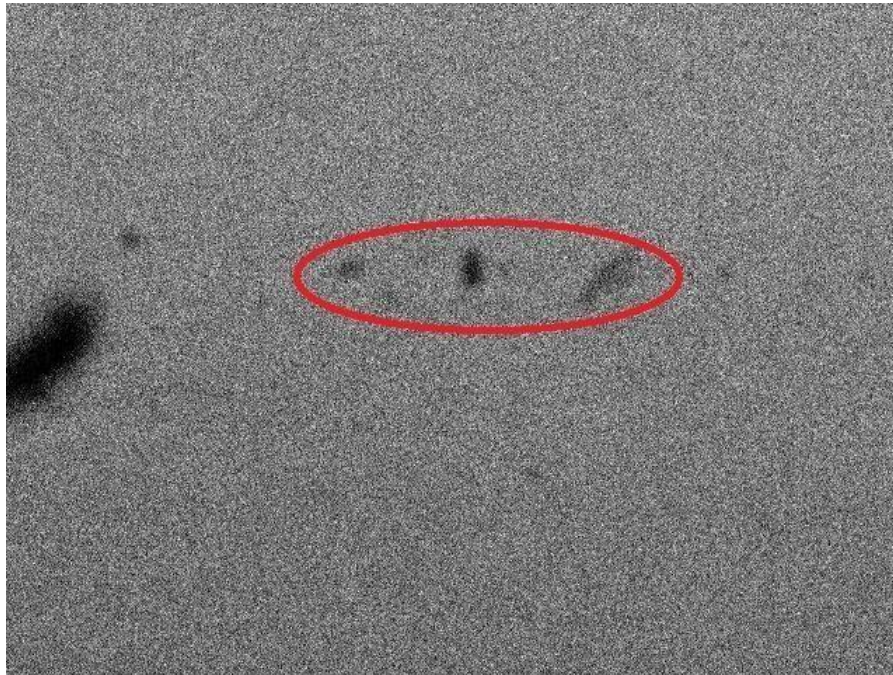
I) 2024/05/08 10:51 D2.3 x5.0k 20 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN



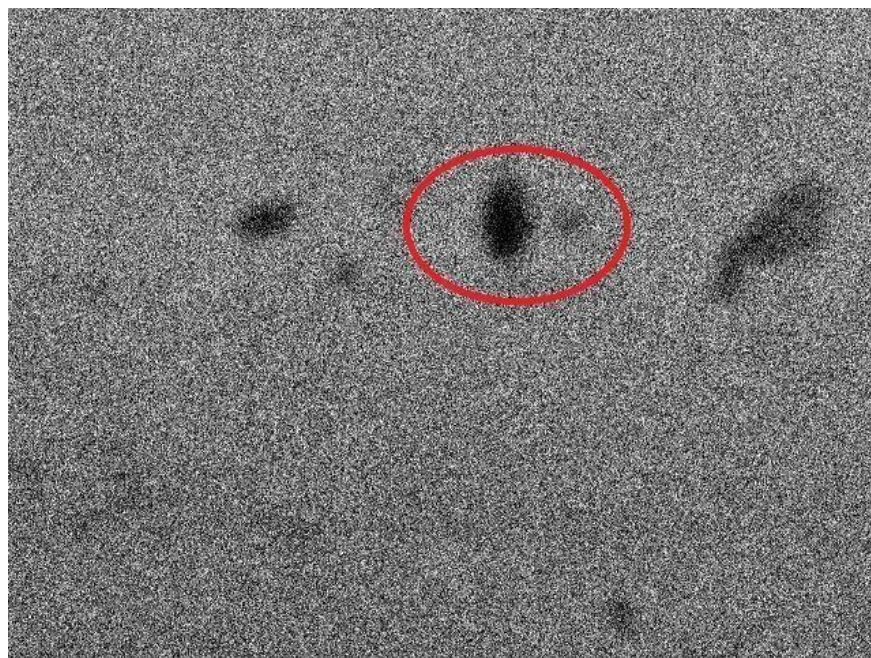
**Figure III-13 I-J : Les images MEB réalisées sur la couche d'AlGaN dopé au Mg sur saphir avec différents grossissements ( $\times 5k$ ,  $\times 10k$ ).**

En ce qui concerne le deuxième échantillon, l'AlGaN dopé au magnésium sur saphir, les analyses ont montré une uniformité dans la distribution des grains (Figure III-13 F-G-H). De plus, nous avons obtenu des images sur la tranche (Figure III-13 I-J) mettant en évidence une couche uniforme d'AlGaN et une sous-couche de saphir. Ces observations confirment la qualité de croissance et l'homogénéité de la couche d'AlGaN dopé au Mg sur le substrat de saphir.

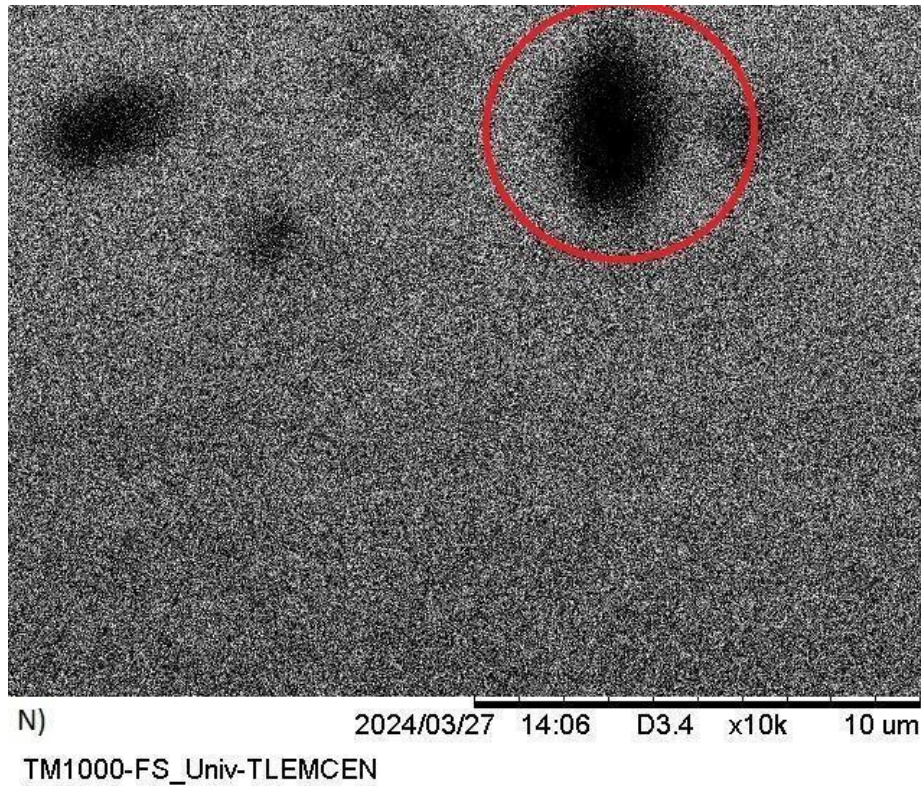
III.3.2.2.3 AlGaN sur substrat saphir, dopé au Silicium



L) 2024/03/27 14:08 D3.4 x2.5k 30 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN



M) 2024/03/27 14:07 D3.4 x5.0k 20 um  
TM1000-FS\_Univ-TLEMCEN



**Figure III-13 L-M-N : Les images MEB réalisées sur la couche d'AlGaN dopé Si sur saphir avec différents grossissements ( $\times 2.5k$ ,  $\times 5k$ ,  $\times 10k$ ).**

L'analyse au microscope électronique à balayage (Figure III-13 L-M-N) nous a permis de visualiser la morphologie de l'échantillon d'AlGaN dopé au Si sur saphir. Les images ont révélé que la surface de l'échantillon est lisse et que les grains présentent une certaine uniformité, bien qu'il y ait des impuretés (taches noires).

### Conclusion

Dans ce dernier chapitre, nous avons présenté les résultats de la diffraction des rayons X pour les trois échantillons. Nous avons déterminé les angles de diffraction et les avons comparés avec les expériences menées par d'autres chercheurs, ce qui nous a confirmé que les trois échantillons sont polycristallins et cristallisent selon leur structure hexagonale de type Wurtzite.

En ce qui concerne l'analyse morphologique effectuée à l'aide du microscope électronique à balayage, nous avons obtenu des images des trois échantillons après avoir utilisé plusieurs niveaux de grossissement ( $\times 1k$ ,  $\times 2k$ ,  $\times 2.5k$ ,  $\times 5k$ ,  $\times 10k$ ). Cela nous a permis d'observer des grains de surface hexagonaux lisses, avec une uniformité très régulière. De plus, cela nous a permis de visualiser la rugosité de la surface et son étendue.

# **Conclusion Générale**

**D**ans le cadre de ce travail intitulé "Caractérisation de deux couches d'AlGaN, l'une dopée n et l'autre dopée p, par diffraction des rayons X et microscopie électronique à balayage", nous avons réalisé une analyse de la structure cristalline des trois échantillons (nitrure d'aluminium et de gallium sur substrat de saphir, AlGaN dopé au magnésium sur saphir, AlGaN dopé au silicium sur saphir) en utilisant la technique de diffraction des rayons X (DRX), et nous avons effectué une analyse morphologique à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB).

Le spectre de diffraction des rayons X obtenu à partir de la couche d'AlGaN sur saphir révèle les pics caractéristiques de l'AlGaN, observés à des angles  $34,90^\circ$  et  $73,85^\circ$ , ce qui concorde bien avec les données de la littérature selon les spectres. De plus, ce spectre confirme que la couche mince d'AlGaN sur saphir possède une structure polycristalline et cristallise selon la phase hexagonale (Wurtzite). Nous avons également identifié les pics correspondant au saphir à des angles de  $41,50^\circ$  et  $90,85^\circ$ .

Par rapport au deuxième échantillon, constitué d'AlGaN dopé au magnésium sur un substrat de saphir, les résultats de la diffraction des rayons X ont mis en évidence les pics caractéristiques de l'AlGaN à des angles de  $34,90^\circ$  et  $73,61^\circ$ . Ces observations ont également été constatées pour le troisième échantillon, constitué d'AlGaN dopé au silicium sur un substrat de saphir. Nous avons également confirmé nos résultats en introduisant les valeurs obtenues dans notre travail expérimental dans le logiciel Match3. Nous avons obtenu les mêmes angles pour les trois échantillons.

La caractérisation morphologique réalisée par microscopie électronique à balayage, à différents niveaux de grossissement ( $\times 2.5$ ,  $\times 1k$ ,  $\times 2k$ ,  $\times 5k$ ,  $\times 10k$ ), nous a fourni des informations sur l'état de surface. Les images montrent clairement, pour la couche d'AlGaN non intentionnellement sur saphir, des grains homogènes avec des surfaces très lisses, et un arrangement régulier et uniforme. De plus, cette analyse nous a permis d'observer la présence de grains lisses pour les deux couches d'AlGaN sur saphir dopée p et n. Concernant la couche d'AlGaN dopée n, les résultats ont montré des grains brillants avec une surface lisse et une distribution homogène des grains, ainsi que la présence de quelques impuretés. Le microscope électronique à balayage nous a également fourni des observations détaillées en coupe transversale, confirmant la qualité de la croissance et l'homogénéité de la couche d'AlGaN dopée au magnésium ainsi que celle dopée au silicium sur le substrat de saphir.

### **Bibliographie du chapitre III**

[1] khiat Mohamed el hadi, MEMOIRE Sur le thème « Caractérisation de couche de nitrure par la diffraction de rayons X et la microscopie électronique à balayage », 17 /9/2022

[2] Prashant Tyagi, Ch. Ramesh, S.S. Kushvaha, M. Senthil Kumar, “AlGa<sub>N</sub> nanowall network structure grown on sapphire (0001) substrate by laser molecular beam epitaxy” *Materials Science in Semiconductor Processing* 89 (2019) 143–148

[3] D. Korakakis, K. F. Ludwig, Jr. and T. D. Moustakas, “long range order in Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N films grown by molecular beam epitaxy”, *1997 American Institute of Physics*.

[S0003-6951(97)00527-5]

---

# *RESUME*

---

L'AlGaN présente plusieurs propriétés qui le rendent précieux dans diverses applications, notamment une large bande interdite, une tolérance thermique élevée et une efficacité quantique élevée. Ces caractéristiques rendent l'AlGaN adapté à des domaines tels que les diodes électroluminescentes (LED), les dispositifs laser et les capteurs, entre autres.

Dans cette étude, des caractérisations structurales et morphologiques des couches d'AlGaN dopées n et p sur des substrats de saphir ont été réalisées. L'analyse structurale a été effectuée par diffraction des rayons X (XRD), tandis que l'analyse morphologique a été réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB).

Les résultats de la diffraction des rayons X ont indiqué que les couches possèdent une structure polycristalline et se cristallisent dans la phase hexagonale (Wurtzite). Les analyses morphologiques ont révélé que les couches ont des grains lisses et homogènes, avec un arrangement de surface bien ordonné et uniforme.

---

# *ABSTRACT*

---

AlGaN exhibits several properties that make it valuable in various applications, including a wide energy bandgap, high thermal tolerance, and high quantum efficiency. These characteristics make AlGaN suitable for use in fields such as light-emitting diodes (LEDs), laser devices, and sensors, among others.

In this study, structural and morphological characterizations of n-doped and p-doped AlGaN layers on sapphire substrates were performed. The structural analysis was conducted using X-ray diffraction (XRD), while the morphological analysis was carried out using scanning electron microscopy (SEM).

X-ray diffraction results indicated that the layers possess a polycrystalline structure and crystallize in the hexagonal (Wurtzite) phase. Morphological analyses revealed that the layers have smooth and homogeneous grains, with a well-ordered and uniform surface arrangement.

# الملخص

يتميز AIGaN بعدة خصائص تجعله ذو قيمة في تطبيقات متنوعة، بما في ذلك نطاق طاقة واسع، وتحمل حراري عالٍ، وكفاءة كمية عالية. هذه الخصائص تجعل AIGaN مناسبًا للاستخدام في مجالات مثل الصمامات الثنائية الباعثة للضوء (LEDs)، والأجهزة الليزرية، وأجهزة الاستشعار، من بين أمور أخرى.

في هذه الدراسة، تم إجراء توصيفات هيكلية ومورفولوجية لطبقات AIGaN المشوبة بنوع n والمشوبة بنوع p على ركائز من الياقوت. تم إجراء التحليل الهيكلي باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD)، بينما تم إجراء التحليل المورفولوجي باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM).

أشارت نتائج حيود الأشعة السينية إلى أن الطبقات تمتلك بنية متعددة البلورات وتبلور في الطور السداسي (Wurtzite). وكشفت التحليلات المورفولوجية أن الطبقات تحتوي على حبيبات ناعمة ومتجانسة، مع ترتيب سطحي منظم وموحد بشكل جيد.