HAL open science

Épitaxie et étude de matériaux et composants à semiconducteurs antimoniurés

Jean Baptiste Rodriguez

To cite this version:

Jean Baptiste Rodriguez. Épitaxie et étude de matériaux et composants à semiconducteurs antimoniurés. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Montpellier, 2020. tel-03160492

HAL Id: tel-03160492

https://hal.science/tel-03160492v1

Submitted on 5 Mar 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

DOCUMENT DE SYNTHESE POUR L'OBTENTION DE L'HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Spécialité : Électronique

École doctorale : Information, Structures, Systèmes

Unité de recherche : Institut d'Électronique et des Systèmes – UMR 5214

Épitaxie et étude de matériaux et composants à semiconducteurs antimoniurés

Présentée par **Jean-Baptiste RODRIGUEZ**
Le 18 décembre 2020

Devant le jury composé de

DAGENS Béatrice, Directrice de Recherche CNRS, C2N – Université Paris-Saclay	**Rapporteur**
WALLART Xavier, Directeur de Recherche CNRS, IEMN – Université de Lille	**Rapporteur**
HAIDAR Riad, Directeur de Recherche, ONERA	**Rapporteur**
CORNET Charles, Professeur des universités, INSA Rennes	**Examinateur**
BARON Thierry, Directeur de Recherche, LTM	**Examinateur**
TOURNIE Eric, Professeur des universités, IES – Université Montpellier	**Examinateur**
GULDNER Yves, Professeur des universités, ENS Paris	**Examinateur / Président du jury**

UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

TABLE DES MATIÈRES

1. CURRICULUM VITAE 5

2. ENSEIGNEMENT, FORMATION ET DIFFUSION DE LA CULTURE SCIENTIFIQUE 7

A- THÈSES CO-ENCADRÉES 7
B- TRAVAUX D'EXPERTISE 8
C- PARTICIPATION À L'ORGANISATION DE CONFÉRENCES 8

3. PARTICIPATION À DES CONTRATS / COLLABORATIONS 9

A- PROJETS NATIONAUX 9
B- PROJETS INTERNATIONAUX 10
C- COLLABORATIONS NON-CONTRACTUELLES 10

4. PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS 11

A- PUBLICATIONS DANS DES REVUES INTERNATIONALES À COMITÉ DE LECTURE 11
B- CONFÉRENCES INVITÉES DANS DES CONGRÈS 15
C- ACTES DE COLLOQUES À COMITÉ DE LECTURE 17
D- COMMUNICATIONS À DES CONFÉRENCES INTERNATIONALES 18
E- COLLOQUES NATIONAUX 25
F- BREVETS 26
G- CHAPITRES D'OUVRAGES 26

5. ACTIVITÉS DE RECHERCHE 27

A- INTRODUCTION 27
B- HÉTÉRO-ÉPITAXIE DE MATÉRIAUX III-SB SUR SUBSTRATS DE SILICIUM 27
C- PHOTODÉTECTEURS INFRAROUGES À SUPERRÉSEAUX INAS/GASB 47
D- UNE OUVERTURE THÉMATIQUE : LES ALLIAGES À BASE DE BISMUTH 65
E- CONCLUSION SUR MES ACTIVITÉS DE RECHERCHE ET D'ENCADREMENT 68

6. OBJECTIFS / PROJET DE RECHERCHE 69

A- AMÉLIORATION DE LA QUALITÉ DES COUCHES ÉPITAXIÉES SUR SUBSTRAT SILICIUM 69
B- INTÉGRATION DES LASERS À DES STRUCTURES PLUS COMPLEXES 70
C- PHOTODÉTECTEURS INFRAROUGES 72
D- NOUVEAUX MATÉRIAUX 72
E- CONCLUSION 73

ANNEXE : SÉLECTION DE PUBLICATIONS 75

1. Curriculum Vitae

Jean-Baptiste Rodriguez

Né le 25 Décembre 1977 à Toulouse rodriguez@ies.univ-montp2.fr
Nationalité française 04.67.14.32.81
Université de Montpellier - Institut d'Électronique et des systèmes (IES)
Campus St Priest, 860 rue St Priest – Bâtiment 5 – CC 05 004 34095 Montpellier Cedex 05

- Recrutement CR2 CNRS en 2008 au sein de l'équipe Nanomir de l'Institut d'Électronique du Sud (IES), CNRS - Université Montpellier 2, UMR 5214. CR1 depuis Octobre 2012.

- Thématiques de recherche :
  - Étude de l'hétéro-épitaxie de matériaux antimoniurés sur substrat Silicium, réalisation de lasers monolithiques sur plateforme Silicium.
  - Développement et étude de photodétecteurs infrarouges à base de superréseaux InAs / GaSb.
  - Semiconducteurs III-V à base de bismuth et d'antimoine.

- Expérience professionnelle et formation
  - Nov. 2007 - Oct. 2008 : Attaché temporaire de recherche et d'enseignement (ATER) Université Montpellier 2.
  - Nov. 2005 - Nov. 2007 : Post-doctorat au Center for High Technology Materials, University of New Mexico, Albuquerque (USA). Conception, réalisation et caractérisation de matrices de détecteurs infrarouges à base de détecteurs de type nBn à superréseaux, dans le groupe du Pr. Sanjay Krishna. Résultat principal : Première démonstration de détecteurs unipolaires à porteurs minoritaires (nBn) à superréseaux dans le moyen et lointain infrarouge.
  - Sept. 2002 - Oct. 2005 : Thèse de Doctorat de l'Université Montpellier 2 (UM2). Thèse réalisée à l'IES dans le cadre d'une bourse de recherche MENRT sous la direction du Pr. André Joullié : *« Superréseaux InAs/GaSb réalisés par épitaxie par jets moléculaires pour photodétection à 300 K dans le moyen-infrarouge »*. Jury : **Francis Mollot** (Directeur de Recherche CNRS, IEMN, Président du jury / Rapporteur), **Vincent Berger** (Professeur, Université Paris 7, Rapporteur), **Frank Fuchs** (Docteur, Fraunhofer Institute Freiburg), **Michel Sirieix** (Directeur Technique et Scientifique, SAGEM SA Paris), **André Joullié** Professeur (UM2-CEM2), **Philippe Christol** (Maître de Conférence, Université d'Avignon).
  - Sept. 2001 - Sept. 2002 : DEA Électronique, Composants et Systèmes à l'UM2.
  - Sept. 2000 - Juin 2001 : Maîtrise de Physique et Applications à l'UM2.

- Responsabilités :
  - Depuis Janvier 2016 : initiateur et responsable de la thématique « Bismuth et matériaux antimoniurés ».

- Compétences :
  - Épitaxie par jets moléculaires : étude de nouveaux procédés ou alliages.
  - Propriétés structurales et optiques des matériaux : diffraction de rayons X, microscopie à force atomique, photoluminescence, etc.
  - Physique des matériaux semiconducteurs et des photodétecteurs à superréseaux : calcul de niveaux et minibandes d'énergie, rendements et performances électriques des composants.
  - Gestion de projet : participation à plusieurs projets ANR et DGA, à un projet ICT-H2020, responsable local d'un projet ESA, porteur d'un projet ANR JCJC et d'un PHC-PROCOPE.

- Encadrement : 9 co-encadrements de thèses, 1 encadrement du séjour de 11 mois d'une doctorante américaine (Abigail Licht – Tuft University) dans le cadre d'un programme d'échange Chateaubriand.

- Bibliométrie :

	Total
Brevet	**1**
Chapitres de livre	**4**
Articles dans des revues internationales à comité de lecture	**73**
Actes de colloques à comité de lecture	**15**
Conférences invitées dans des congrès internationaux	**44**
Communications orales à des congrès internationaux	**112**

  - h-index : 32 (Google Scholar), 27 (Web of Science).
  - Citations : 2 973 (Google Scholar), 1 938 (Web of Science).

2. Enseignement, formation et diffusion de la culture scientifique

A- Thèses co-encadrées

- **Elena Plis** (2005-2007, thèse soutenue en Mai 2007) puis **Arezou Khoshakhlagh** (2006-2007, thèse soutenue en Mai 2010), direction de thèse Pr Sanjay Krishna, University of New Mexico, USA. Développement de photodétecteurs à barrières mono- et bi-colores. Elena est maintenant ingénieur chez Assurance Technology Corporation, et Arezou travaille sur l'épitaxie de superréseaux au Jet Propulsion Lab, NASA.

- Cyril Cervera ; thèse DGA en cotutelle avec l'ONERA, thèse soutenue le 16 Décembre 2011 : *« Le photodétecteur à superréseaux InAs/GaSb pour Imagerie Infrarouge »* ; Jury : J.L. Meyzonnette (Institut d'Optique), I.C. Robin (CEA-LETI), E. Rosencher (ONERA-Polytechnique), O. Gravrand (CEA- LETI), M. Razeghi (Northwestern University), J.-B. Rodriguez (IES), P. Christol (IES), J.C. Peyrard (DGA). Amélioration des procédés technologiques, caractérisation optoélectronique des composants, mesures de transport. Cyril a ensuite fait un post-doctorat au CiNaM, UMR 7325, CNRS / Université Aix-Marseille. Il est maintenant en CDI au CEA, où il caractérise des matrices de photodétecteurs.

- **Rachid Taalat** ; thèse DGA en cotutelle avec l'ONERA, thèse soutenue le 12 Décembre 2013 : *« Réalisation et caractérisation électro-optique de photodétecteurs infrarouges à superréseaux InAs/GaSb »*. Jury : P. Bois (THALES III-V lab), J.P. Salvestrini (Université de Lorraine), D. Mencaraglia (Université Paris VI et Paris XI), L. Rubaldo (SOFRADIR), R. Teissier (Université Montpellier 2), J.-B. Rodriguez (IES), I. Ribet-Mohamed (ONERA), P. Christol (IES), P. Adam (DGA). Amélioration des performances des photodétecteurs à SR par optimisation du dessin de la période et de l'architecture photodétectrice. Mise en place d'un procédé technologique pour la réalisation de matrices à base de SR. Rachid est actuellement ingénieur chez SOFRADIR/LYNRED, l'un des leaders mondiaux de l'imagerie IR.

- Karine Madiomanana ; bourse du Conseil Scientifique de l'UM2, thèse soutenue le 14 Décembre 2015 : « *Intégration des matériaux III-V antimoniures sur substrats de Silicium* ». Jury : Guilhem Almuneau, CR, CNRS-LAAS (Rapporteur), Charles Cornet, MCF, INSA-Rennes (Rapporteur), Gilles Patriarche, DR, CNRS-LPN (Examinateur), Thierry Taliercio, Pr., Université de Montpellier (Président), Éric Tournié, Pr., Université de Montpellier (Directeur de thèse), J.-B. Rodriguez, CR, CNRS-IES (Encadrant). Croissance MBE de matériaux antimoniures sur substrats Silicium pour intégration monolithique de composants opto et micros électroniques. Karine a trouvé un poste d'ingénieur auprès de l'industriel Corial.

- Marie Delmas ; bourse du ministère, thèse soutenue le 4 Décembre 2015 : « *Analyse des performances des photodiodes à Superréseaux InAs/GaSb pour le moyen infrarouge* ». Jury : Yves Guldner, Pr., ENS Paris (Rapporteur), Joël Jacquet, DGA (Rapporteur), Philippe Christol, Pr., Université Montpellier (Directeur de thèse), J.-B. Rodriguez, CR-CNRS, Université Montpellier (Encadrant), Cyril Cervera, Ingénieur CEA-LETI (Examinateur), Pierre Lefebvre, DR-CNRS, Université Montpellier (Examinateur), Isabelle Ribet-Mohamed, Ingénieur ONERA (Examinatrice), Thierry Taliercio, Pr., Université Montpellier (Président). Analyse et compréhension des propriétés électro-optiques des photodétecteurs à SR. Marie a poursuivi en Post-doc à L'Université de Cardiff, dans l'équipe du Pr Diana Huffaker, puis a été recrutée par l'industriel suédois IRnova.

- **Olivier Delorme** ; financement ANR, thèse soutenue le 8 Juillet 2019 : *« Étude de l'incorporation de Bismuth lors de l'épitaxie par jets moléculaires de matériaux antimoniures »*. Jury : Chantal Fontaine, DR LAAS-CNRS (Rapporteur), Ludovic Desplanque, MCF IEMN-Université de Lille (Rapporteur), Gilles Patriarche, DR CNRS C2N

(Examinateur), Hélène Carrère, MCF LPCNO-Université Toulouse III (Examinateur), Henry Mariette, DR CNRS Institut Néel Grenoble (Examinateur), Éric Tournié, Pr IES-Université de Montpellier (Directeur de thèse), J.-B. Rodriguez, CR CNRS-IES (Co-encadrant). Épitaxie et étude d'alliages et hétérostructures Ga(In)SbBi. Olivier a été recruté après sa thèse comme ingénieur à Nokia / Bell-Labs - Palaiseau.

- **Rodolphe Alchaar** ; thèse soutenue le 4 Octobre 2019 : *« Fabrication et caractérisation de photodétecteurs à superréseaux InAs/GaSb pour le lointain infrarouge »*. Jury : Isabelle Ribet-Mohamed, Ingénieur ONERA (Rapporteur), Jean-Yves Duboz, DR CRHEA-CNRS (Rapporteur), Marie Delmas, Ingénieur IRnova (Examinateur), Jérôme Boch, Pr IES-Université Montpellier (Examinateur), Olivier Saint-Pé, Ingénieur Airbus Defence and Space (Invité), Philippe Christol, Pr IES-Université Montpellier (Directeur de thèse), J.-B. Rodriguez, CR-CNRS-IES (Encadrant). Étude des composants réalisés dans le cadre du projet ESA visant à réaliser des matrices dans le lointain infrarouge. Rodolphe est actuellement ingénieur dans notre groupe et travaille sur un projet de tenue aux radiations des photodétecteurs à SR pour le CNES.

- **Marta Rio-Calvo** ; financement école doctorale, soutenance prévue en Septembre 2020 : Étude de la croissance des matériaux antimoniures sur substrats Silicium (001) nominaux par une nouvelle technique d'initiation de la croissance. Éric Tournié, Pr IES-Université de Montpellier (Directeur de thèse), J.-B. Rodriguez, CR CNRS-IES (Encadrant).

B- Travaux d'expertise

- Reviewer régulier pour Applied Physics Letters, Journal of Applied Physics, Journal of Quantum Electronics, IET Optoelectronics, IET Electronics Letters, Journal of Crystal Growth, Crystals et Physica Status Solidi.
- Expertise de projets ANR.
- Expertise d'un projet dans le cadre du programme ASTRE 2016, pour la Direction de l'innovation et du développement des territoires de l'Essonne.

C- Participation à l'organisation de conférences

- *«19th International Conference on MBE»* (ICMBE), 4-9 Septembre 2016, Corum Montpellier, France. Participation au comité d'organisation local.
- *«Mid-IR Optoelectronics : Materials and Devices»* (MIOMD XII), 5-9 Octobre 2014, Corum Montpellier, France. Participation au comité d'organisation local.
- *«Compound Semiconductor Week»* (CSWEEK), 11-15 Mai 2014, Corum Montpellier, France. Participation au comité d'organisation local.

3. Participation à des contrats / collaborations

A- Projets Nationaux

- Programme CARNOT **ANTARES** 2010-2013, **Participant**
  « Antennes à résonances de plasmons »
  Partenaires : ONERA (porteur), LPN, IES.

- ANR P2N **INTREPID** 2011-2013, **Participant**
  « Intégration de résonateurs pour la photodétection infrarouge quadrichromique »
  Partenaires : ONERA (porteur), CEA-LETI, IES, LPN, SOFRADIR.

- PEA **VITRAIL** 2011-2015, **Participant**
  Partenaires : ONERA (porteur), IES, CEA-LETI.

- ANR P2N **MOREMIR** 2012-2015, **Participant**
  « Microsources optiques multicolores sur Silicium pour détecteurs intégrés dans le moyen infrarouge »
  Partenaires : INL (porteur), IES, CEA-LETI.

- ANR Blanc **OPTOSI** 2012-2016, **Participant**
  « Optoelectronics on Silicon »
  Partenaires : IES (porteur), FOTON, LPN, LPCNO et III-V lab.

- ANR EQUIPEX **EXTRA** 2012-2019, **Participant**
  « Excellence center on antimonides »
  Partenaires : IES (porteur), Centrale de Technologie de Montpellier.

- ANR Blanc **SUPREME-B** 2014-2018, **Participant**
  « Localised surface plasmon resonance in highly doped semiconductors for infrared biosensing »
  Partenaires : IES (porteur), UTT, Sikémia.

- ANR Blanc **ANTIPODE** 2015-2018, **Participant**
  « Advanced analysis of III-V / Si nucleation for highly integrated photonic devices »
  Partenaires : FOTON (porteur), IES, CRHEA, LPN, CEMES et IPR.

- ANR JCJC **BIOMAN** 2016-2020, **Porteur**
  « Bismuth pour matériaux semiconducteurs à base d'antimoniures ».

- ANR PRCE **HOT-MWIR** 2018-2022, **Participant**
  « High Operating Temperature Ga-free superlattice photodetector and focal plane arrays for the full MidWave InfraRed spectral domain »
  Partenaires : IES (porteur), LPA, ILV, l'ONERA et III-V lab.

- ANR PRC **LIGHT UP** 2020-2024, **Participant**
  « Mid-IR quantum cascade laser integrated on Ge-based photonics circuits »
  Partenaires : C2N (porteur), IES, Politecnico di Milano.

- ANR ASTRID **nanoELASTIR** 2020-2023, **Participant**
  « Nanostructures électriquement accordables en semiconducteur pour l'infrarouge »
  Partenaires : ONERA (porteur), IES.

B- Projets internationaux

- Partenariat Hubert-Curien PROCOPE (2012-2014), **Participant**
  « Interface engineering for integration of III-V devices on Sillicon »
  Partenaires : IES, Paul-Drude-Institute Berlin.

- Programme ESA 2016-2019, AO/1-8299/15/NL/RA, **Responsable local**
  « Low Dark Current VLWIR Type-2 Super Lattices (T2SL) InfraRed Detectors »
  Partenaires : IRnova (porteur), IES, AIRBUS.

- H2020- ICT **REDFINCH** 2018-202, **Participant**
  « Mid-Infrared fully integrated chemical sensors »
  Partenaires : CEA-LETI (porteur), Cork Institue of Technology, Université de Vienne, mirSense, Argotech, Fraunhofer, Endress&Hauser Process Solution, IES.

- Partenariat Hubert-Curien PROCOPE (2018-2019), **Porteur**
  « Study of the incorporation of Bi in GaSb for the development of high performance mid-Infrared lasers »
  Partenaires : IES, Paul-Drude-Institute Berlin.

C- Collaborations non-contractuelles

- University of Ghent : Intégration hétérogène de composants III-Sb sur Silicium. L'équipe de Ghent a réussi à intégrer par des techniques de collage différents types de composants que nous avons fabriqués.
- University of Wroclaw : Caractérisation de couches et puits quantiques Ga(In)SbBi fabriqués dans notre groupe par des méthodes de photoréflectance et de photoluminescence afin de déterminer les différentes transitions énergétiques dans ces matériaux.
- LPN / C2N : Etude de nos échantillons par microscopie électronique en transmission sur de nombreux sujets abordés dans ce manuscrit, y compris hors projet formel.

4. Publications et communications

A- Publications dans des revues internationales à comité de lecture

[P1.] E Rogowicz, W M Linhart, M Syperek, J Kopaczek, O Delorme, L Cerutti, E Luna, E Tournié, **J.-B. Rodriguez** and R Kudrawiec, *"Optical properties and dynamics of excitons in Ga(Sb, Bi)/GaSb quantum wells: evidence for a regular alloy behavior"*, Semicond. Sci. Technol. 35 025024 (2020).

[P2.] R. Alchaar, **J.-B. Rodriguez**, L; Honglünd, S. Naureen, P. Christol, "*Characterization of an InAs/GaSb type-II superlattice barrier photodetector operating in the LWIR domain"*, AIP Advances, 9, 055012 (2019)

[P3.] R. Kudrawiec, J. Kopaczek, O. Delorme, M. P. Polak, M. Gladysiewicz, E. Luna, L. Cerutti, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, *"Type I GaSb1-xBix/GaSb quantum wells dedicated for mid infrared laser applications: Photoreflectance studies of bandgap alignment"*, J. Appl. Phys. 125, 205706 (2019).

[P4.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Luna, A. Trampert, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, *"Molecular-beam epitaxy of GaInSbBi alloys"*, Journal of Applied Physics 126, 155304 (2019); https://doi.org/10.1063/1.5096226

[P5.] M. Rio Calvo, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, M. Ramonda, G. Patriarche, E. Tournié, *"Molecular-beam epitaxy of GaSb on 6°-offcut (001) Si using a GaAs nucleation layer"*, Journal of Crystal Growth 529, 125299 (2020), https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2019.125299

[P6.] M. Niehle, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, E. Tournié, and A. Trampert, *"The Interaction of Extended Defects as the Origin of Step Bunching in Epitaxial III–V Layers on Vicinal Si (001) Substrates"*, Phys. Stat. Sol. RRL 13, 1900290 (2019). https://doi.org/10.1002/pssr.201900290

[P7.] A. Ponchet, G. Patriarche, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti and E. Tournié, *"Interface energy analysis of III-V islands on Si (001) in the Volmer-Weber growth mode"*, Appl. Phys. Lett. 113 (19), 191601 (2018).

[P8.] E. Luna, O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, **J.-B. Rodriguez**, and A. Trampert, *"Transmission Electron Microscopy of Ga(Sb,Bi)/GaSb Quantum Wells with varying Bi content and quantum well thickness"*, Semicond. Sci. Technol. 33 (9), 094006 (2018).

[P9.] M. Niehle, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, E. Tournié, and A. Trampert, *"On the origin of threading dislocations during epitaxial growth of III-Sb on Si(001): a comprehensive transmission electron tomography and microscopy study"*, Acta Mater.143, 121 (2018).

[P10.] T. Cerba, M. Martin, J. Moeyaert, S. David, J.L. Rouviere, L. Cerutti, R. Alcotte, **J.-B. Rodriguez**, M. Bawedin, H. Boutry, F. Bassani, Y. Bogumilowicz, P. Gergaud, E. Tournié, T. Baron, *"Anti-phase boundary free GaSb layer grown on 300mm (001)-Si substrate by metal organic chemical vapor deposition"*, Thin Solid Films 645, 5 (2018).

[P11.] E. Luna, O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, **J.-B. Rodriguez** and A. Trampert, *"Microstructure and interface analysis of emerging Ga(Sb,Bi) epilayers and Ga(Sb,Bi)/GaSb quantum wells for optoelectronic applications"*, Appl. Phys. Lett. 112 (15), 151905 (2018).

[P12.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, *"In situ determination of the growth conditions of GaSbBi alloys"*, J. Cryst. Growth 495, 9 (2018)

[P13.] H. Nguyen-Van, A. N. Baranov, Z. Loghmari, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, J. Tournet, G. Narcy, G. Boissier, G. Patriarche, M. Bahriz, E. Tournié and R. Teissier, *"Quantum cascade lasers grown on silicon"*, Sci. Rep. 8, 7206 (2018).

[P14.] E. Luna, O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, **J.-B. Rodriguez**, and A. Trampert, *"Transmission Electron Microscopy of Ga(Sb,Bi)/GaSb Quantum Wells with varying Bi content and quantum well thickness"*, Semicond. Sci. Technol. 33 (9), 094006 (2018).

[P15.] I. Lucci, S. Charbonnier, L. Pedesseau, M. Vallet, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, R. Bernard, A. Létoublon, N. Bertru, A. Le Corre, S. Rennesson, F. Semond, G. Patriarche, L. Largeau, P. Turban, A. Ponchet, and C. Cornet, *"Universal description of III-V/Si epitaxial growth processes"*, Phys. Rev. Mat. 2, 060401(R) (2018).

[P16.] I. Lucci, S. Charbonnier, M. Vallet, P. Turban, Y. Léger, T. Rohel, N. Bertru, A. Létoublon, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, E. Tournié, A. Ponchet, G. Patriarche, L. Pedesseau, and C. Cornet, *"A stress-free and textured GaP template on silicon for solar water splitting"*, Adv. Funct. Mater. 18, 1801585 (2018).

[P17.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, G. Patriarche, L. Largeau, K. Madiomanana, E. Tournié, *"Characterization of antimonide based material grown by molecular epitaxy on vicinal silicon substrates via a low temperature AlSb nucleation layer"*, J. Cryst. Growth **477**, 65 (2017).

[P18.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"Molecular beam epitaxy of high content GaSbBi alloys"*, Journal of Crystal Growth, Volume **477**, 1 November 2017, Pages 144-148,

[P19.] M. Delmas, R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, *"Design of InAs/GaSb superlattice infrared barrier detectors"*, Superlattice and Microstructure 104, 402 (2017).

[P20.] A. Castellano, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, G. Narcy, A. Garreau, F. Lelarge, and E. Tournié, *"Room-temperature continuous-wave operation in the telecom wavelength range of GaSb-based lasers monolithically grown on Si"*, APL Photonics 2, 061301 (2017).

[P21.] M. Niehle, A. Trampert, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, E. Tournié, *"Electron tomography on III-Sb heterostructures on vicinal Si(001) substrates: Anti-phase boundaries as a sink for threading dislocations"*, Scripta Materiala 132, 5 (2017).

[P22.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Luna, G. Narcy, A. Trampert, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"GaSbBi/GaSb quantum well laser diodes"*, Appl. Phys. Lett. 110, 222106 (2017).

[P23.] M J Milla, F Barho, F González-Posada, L Cerutti, M Bomers, **J.-B. Rodriguez**, E Tournié and T Taliercio, *"Localized surface plasmon resonance frequency tuning in highly doped InAsSb/GaSb one-dimensional nanostructures",* Nanotechnology 27, 425201 (2016).

[P24.] M. Muneeb, A. Vasiliev, A. Ruocco, A. Malik, H. Chen, M. Nedeljkovic, J.S. Penades, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, G.Z. Mashanovic, M.K. Smit, E. Tournié, and G. Roelkens, *"II-V-on-silicon integrated micro - spectrometer for the 3 µm wavelength range"*, Optics Express, Vol. 24 (9), p.9465-9472, 2016

[P25.] **J.-B. Rodriguez**, K. Madiomanana, L. Cerutti, A. Castellano, and E. Tournié, *"X-ray diffraction study of GaSb grown by molecular beam epitaxy on silicon substrates",* Journal of Crystal growth, Vol. 439, p. 33-39, 2016.

[P26.] E. Tournié, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, H. Liu, J. Wu, and S. Chen, *"Metamorphic III-V semiconductor laser grown on Silicon"*, MRS Bulletin, Vol. 41, p.218-223, 2016.

[P27.] M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, R. Rossignol, A.S. Licht, E. Giard, I. Ribet-Mohamed and P. Christol, "*Identification of a limiting mechanism in GaSb-rich superlattice midwave infrared detector",* Journal of Applied Physics **119**, 174503 (2016)

[P28.] T. Taliercio, V. N'Tsame Guilengui, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, F. Bahro, M.J. Milla Rodrigo, F. Gonzalez-Posada, E. tournié, M. Niehle, and A. Trampert, *"Fano-like resonances sustained by Si doped InAsSb plasmonic resonators integrated in GaSb matrix",* Optics Express, Vol. 23 (23), p.29423-29433, 2015.

[P29.] L. Cerutti, A. Castellano, **J.-B. Rodriguez**, M. Bahri, L. largeau, A. Ballochi, K. Madiomanana, F. Lelarge, G. Patriarche, X. Marie, and E. Tournié, *"GaSb-based composite quantum wells for laser diodes operating in the telecom wavelength range near 1.55 µm",* Applied Physics Letters, Vol. 106 (10), 101102, 2015.

[P30.] K. Madiomanana, M. Bahri, **J.-B. Rodriguez**, L. Largeau, L. Cerutti, O. Mauguin, A. Castellano, G. Patriarche and E. Tournié, *"Silicon surface preparation for III-V molecular beam epitaxy"*, Journal of Crystal Growth, 413 (2015) 17–24. http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2014.12.004

[P31.] E. Steveler, M. Verdun, B. Portier, P. Chevalier, C. Dupuis, N. Bardou, **J.-B Rodriguez**, R. Haïdar, F. Pardo and J.-L. Pelouard, *"Optical index measurement of InAs/GaSb type-II superlattice for mid-infrared photodetection at cryogenic temperatures"*, Appl. Phys. Lett. **105**, 141103 (2014) ; http://dx.doi.org/10.1063/1.4897273

[P32.] M. Delmas, **J.-B Rodriguez** and P. Christol, "*Electrical modeling of InAs/GaSb superlattice mid-wavelength infrared pin photodiode to analyze experimental dark current characteristics",* Journal of Applied Physics **116,** 113101-7 (2014)

[P33.] E. Giard, I. Ribet-Mohamed, J. Jaeck, T. Viale, R. Haïdar, R. Taalat, M. Delmas, **J.-B Rodriguez**, E. Steveler, N. Bardou, F. Boulard and P. Christol, "*Quantum efficiency investigations of type-II InAs/GaSb midwave infrared superlattice photodetectors",* Journal of Applied Physics **116**, 043101-6 (2014)

[P34.] E. Giard, R. Taalat, M. Delmas, **J.-B Rodriguez**, P. Christol and I. Ribet-Mohamed, "*Radiometric and noise characteristics of InAs-rich T2SL MWIR pin photodiodes",* Journal of European Optical Society : Rapid Publication **9**, 14022 (2014)

[P35.] R. Taalat, **J.-B Rodriguez**, M. Delmas and P. Christol*, "Influence of the period thickness and composition on the electro-optical properties of type-II InAs/GaSb midwave infrared superlattice photodetectors"*, J. Phys. D: Appl. Phys. **47** 015101 (2014) doi:10.1088/0022- 3727/47/1/015101

[P36.] G. Roelkens, U. Dave, A. Gassenq, N. Hattasan, Chen Hu, B. Kuyken, F. Leo, A. Malik, M. Muneeb, E. Ryckeboer, D. Sanchez, S. Uvin, R. Wang, Z. Hens, R. Baets, Y. Shimura, F. Gencarelli, B. Vincent, R. Loo, J. Van Campenhout, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, E. Tournie, Xia Chen, M. Nedeljkovic, G. Mashanovich, Li Shen, N. Healy, A.C. Peacock, Xiaoping Liu, R. Osgood and W.M.J Green, "Silicon−Based Photonic

Integration Beyond the Telecommunication Wavelength Range," Selected Topics in Quantum Electronics, IEEE Journal of , vol.20, no.4, pp.394,404, July−Aug. 2014 doi: 10.1109/JSTQE.2013.2294460

[P37.] G. Roelkens, U. Dave, A. Gassenq, N. Hattasan, C. Hu, B. Kuyken, F. Leo, A. Malik, M. Muneeb, E. Ryckeboer, S. Uvin, Z. Hens, R. Baets, Y. Shimura, F. Gencarelli, B. Vincent, R. Loo, J. Van Campenhout, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, E. Tournié, X. Chen, M. Nedeljkovic, G. Mashanovich, L. Shen, N. Healy, A. C. Peacock, X. Liu, R. Osgood, and W. Green, *"Silicon- based heterogeneous photonic integrated circuits for the mid-infrared",* Optical Materials Express, Vol. **3**, Issue 9, pp. 1523-1536 (2013), http://dx.doi.org/10.1364/OME.3.001523

[P38.] E. Ryckeboer, A. Gassenq, M. Muneeb, N. Hattasan, S. Pathak, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, E. Tournié, W. Bogaerts, R. Baets, and G. Roelkens, *"Silicon-on-insulator spectrometers with integrated GaInAsSb photodiodes for wide-band spectroscopy from 1510 to 2300 nm"*, Optics Express, Vol. 21, Issue 5, pp. 6101-6108 (2013) doi: 10.1364/OE.21.006101

[P39.] V. N'Tsame Guilengui, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, E. Tournié, and T. Taliercio, *"Localized surface plasmon resonances in highly doped semiconductors nanostructures"*, Applied Physics Letter **101**, 161113 (2012); http://dx.doi.org/10.1063/1.4760281

[P40.] T.V. Chandrasekhar Rao, Selvakumar V. Nair, Harry E. Ruda, J. Antoszewski, **J.-B Rodriguez**, E. Plis, S. Krishna and L. Faraone, *"Electrical transport in InAs/GaSb superlattice: role of surface states and interface roughness"*, Semiconductor Science and Technology, **27,** 105025 (2012)

[P41.] A. Gassenq, N. Hattasan, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, E. Tournié, and G. Roelkens, *"Study of evanescently-couped and grating-assisted GaInAsSb photodiodes integrated on a silicon photonic chip",* Optics Express, Vol. **20** (11), p.11665-11672 (2012)

[P42.] G. Roelkens, W.M.J. Green, B. Kuyken, X. Liu, N. Hattasan, A. Gassenq, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, R.M. Osgood, E. Tournié and R.G. Baets, *"III-V/silicon Photonics for Short-Wave Infrared Spectroscopy",* IEEE Journal of Quantum Electronics, Vol. **48** (2), p. 292-297 (2012)

[P43.] N. Hattasan, A. Gassenq, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, E. Tournié and G. Roelkens, *"Heterogeneous integration of GaInAsSb p-i-n photodiodes on a silicon-on-insulator waveguide circuit",* IEEE Photonics Technology Letters, Vol. **23** (23), p 1760-1762 (2011)

[P44.] J.R. Reboul, L. Cerutti, **J.-B Rodriguez**, P. Grech and E. Tournié, *"Continuous-wave operation above room temperature of GaSb-based laser diodes grown on Si",* Applied Physics Letters, Vol. **99**, 121113 (2011)

[P45.] K. Jaworowicz, I. Ribet-Mohamed, C. Cervera, **J.-B Rodriguez** and P. Christol, "*Noise Characterization of Midwave Infrared InAs/GaSb Superlattice pin Photodiode",* Photonic Technology Letter, **23**, 242-244 (2011)

[P46.] **J.-B Rodriguez**, C. Cervera and P. Christol, *"A type-II superlattice period with a modified InAs to GaSb thickness ratio for midwavelength infrared photodiode performance improvement",* Applied Physics Letter, **97**, 251113-3(2010)

[P47.] L. Cerutti, **J.-B Rodriguez** and E. Tournié, *"GaSb-based laser, monolithically grown on Silicon substrate emitting at 1.55 µm at room temperature",* IEEE Photonics Technology Letters, Vol. **22** (8), p 553-555 (2010)

[P48.] E. Plis, **J. B. Rodriguez,** G. Balakrishnan, Y.D. Sharma, H.S. Kim, T. Rotter and S. Krishna, *"Mid-Infrared InAs/GaSb strained layer superlattice detectors with nBn design grown on GaAs substrate"*, Journal of Semiconductor Science and Technology, vol. 25, p. 085010 (2010)

[P49.] A. Khoshakhlagh, E. Plis, **J.-B Rodriguez**, C. Jones, L. Faraone and S. Krishna, *"Optimization of InAs/GaSb Type-II Superlattice Interfaces for Long-Wave (8 µm) Infrared Detection"*, Journal of Crystal Growth, vol. **311**, p. 1901 (2009)

[P50.] **J.-B Rodriguez**, L. Cerutti, P. Grech and E. Tournie, *"Room-temperature operation of a 2.25 µm electrically-pumped laser fabricated on a silicon substrate",* Applied Physics Letters, Vol. **94**, 061124 (2009)

[P51.] C. Cervera, **J.-B Rodriguez**, J.P. Perez, H. Aït-Kaci, R. Chaghi, L. Konczewicz, S. Contreras and P. Christol, *"Unambiguous determination of carrier concentration and mobility for InAs/GaSb superlattice photodiode optimization",* Journal of Applied Physics **106**, 033709-4 (2009)

[P52.] C. Cervera, **J.-B Rodriguez**, R. Chaghi, H. Aït-Kaci and P. Christol, "*Characterization of Midwave Infrared InAs/GaSb Superlattice Photodiode",* Journal of Applied Physics **106**, 024501-5 (2009)

[P53.] **J.-B Rodriguez**, L. Cerutti and E. Tournié, *"GaSb-Based, 2.2µm type-I laser fabricated on GaAs substrate operating continuous-wave at room-temperature",* Applied Physics Letters, Vol. 94, 023506 (2009)

[P54.] R. Chaghi, C. Cervera, H. Aït-Kaci, P. Grech, **J.-B Rodriguez** and P. Christol, "*Wet etching and chemical polishing of InAs/GaSb superlattice photodiodes",* Semiconductor Sciences and Technology, 24, 065010-065015 (2009)

[P55.] Y. Cuminal, **J.-B Rodriguez** and P. Christol, "*Design of mid-infrared InAs/GaSb superlattice detectors for room temperature operation",* Finite Element in Analysis and Design- **44**, 611- 616 (2008)

[P56.] V. Gopal, E. Plis, **J.-B Rodriguez**, C. Jones, L. Faraone and S. Krishna, *"Modeling of Electrical Characteristics of Mid-Wave Type II InAs/GaSb Strain Layer Superlattice Diodes"*, Journal of Applied Physics, vol. **104**, p. 124506 (2008)

[P57.] S. Ghosh, S. Mallick, K. Banerjee, C. Grein, S. Velicu, J. Zhao, D. Silversmith, **J.-B Rodriguez**, E. Plis and S. Krishna, *"Low-Noise Mid-Wavelength Infrared Avalanche Photodiodes*", Journal of Electronic Materials, vol. **37**, p. 1764 (2008)

[P58.] H.S. Kim, E. Plis, **J.-B Rodriguez**, G. Bishop, Y.D. Sharma and S. Krishna, *"N-type ohmic contact on type-II InAs/GaSb Strain Layer Superlattices"*, Electronics Letters, vol. **44** (14), p. 881 (2008)

[P59.] T.V. Chandrasekhar Rao, J. Antoszewski, **J.-B Rodriguez**, E. Plis, S. Krishna and L. Faraone, *"Quantitative mobility spectrum analysis of carriers in GaSb/InAs/GaSb superlattice"*, Journal of Vacuum Science and Technology B, vol. **26**, p. 1081 (2008)

[P60.] G. Bishop, E. Plis, **J.-B Rodriguez**, Y.D. Sharma, H.S. Kim, L.R. Dawson and S. Krishna, *"nBn Detectors Based on InAs/GaSb Type-II Strain Layer Superlattice"*, Journal of Vacuum Science and Technology B, vol. **26**, p. 1145 (2008)

[P61.] H.S. Kim, E. Plis, **J.-B Rodriguez**, G. Bishop, Y.D. Sharma, L.R. Dawson, J. Bundas, R. Cook, D. Burrows, R. Dennis, K. Patnaude, A. Reisinger, M. Sundaram and S. Krishna, *"Mid-IR Focal Plane Array based on Type-II InAs/GaSb Strain Layer Superlattice Detector with nBn Design"*, Applied Physics Letters, vol. **92**, p. 183502 (2008)

[P62.] T.V. Chandrasekhar Rao, J. Antoszewski, L. Faraone, **J.-B Rodriguez**, E. Plis and S. Krishna, *"Characterization of carriers in GaSb/InAs superlattice grown on conductive GaSb substrate"*, Applied Physics Letters, vol. **92**, p. 12121 (2008)

[P63.] P. Christol, L. Konczewicz, Y. Cuminal, H. Aït-Kaci, **J.-B Rodriguez** and A. Joullié, "*Electrical properties of short period InAs/GaSb superlattice",* Physica Status Solidi C **4**, 1494-1498 (2007)

[P64.] E. Plis, **J.-B Rodriguez**, S.J. Lee, G. Bishop, Y.D. Sharma, H.S. Kim, L.R. Dawson, S. Krishna, J. Colin and V. Gopal, *"Type II InAs/GaSb Strain Layer Superlattice Detectors with P-on-N Polarity"*, Applied Physics Letters, vol. **91**, pp.133512 (2007)

[P65.] A. Khoshakhlagh, **J.-B Rodriguez**, E. Plis, G. Bishop, Y.D. Sharma, H.S. Kim, L.R. Dawson and S. Krishna, *"Bias Dependent Dual Band Response from InAs/Ga(In)Sb Type II Strain Layer Superlattice Detectors"*, Applied Physics Letters, vol. **91**, p. 263504 (2007)

[P66.] S. Mallick, K. Banerjee, S. Ghosh, E. Plis, **J.-B Rodriguez**, S. Krishna and C. Grein, *"Ultra Low Noise Mid Wave Infrared InAs-GaSb Strain Layer Superlattice Avalanche Photodiode"*, Applied Physics Letters, vol. **91**, p. 241111 (2007)

[P67.] **J.-B Rodriguez**, E. Plis, G. Bishop, Y.D. Sharma, H.S. Kim, L.R. Dawson and S. Krishna, *"nBn Structure Based on InAs/GaSb Type II Strain Layer Superlattices"*, Applied Physics Letters, vol. **91**, 043514 (2007)

[P68.] E. Plis, **J.-B Rodriguez**, S.J. Lee and S. Krishna, *"Electrochemical sulphur passivation of InAs/GaSb Strain Layer Superlattice Detectors"*, Electronics letters, vol. **42**, no. 21 p. 1248 (2006)

[P69.] H. Aït-Kaci, J. Niéto, **J.-B Rodriguez**, F. Chevrier, A. Salesse, A. Joullié and P. Christol, *"Optimization of InAsSb photodetector for non-cryogenic operation in the mid-infrared region",* Physica Statu Solidi A-Applied Research **202**, 647-651 (2005)

[P70.] **J.-B Rodriguez**, P. Christol, A. Ouvrard, F. Chevrier, P. Grech and A. Joullié, *"Uncooled InAs/GaSb superlattice photovoltaïc detector operating in the mid-wavelength infrared range",* Electronic Letters **41**, 362-363 (2005)

[P71.] **J.-B Rodriguez**, P. Christol, F. Chevrier and A. Joullié, "*Optical characterization of symmetric InAs/GaSb superlattices for detection in the 3-5µm spectral region",* Physica E - Low Dimensional Systems and Nanostructures - **28**, 128-133 (2005)

[P72.] **J.-B Rodriguez**, P. Christol, L. Cerutti, F. Chevrier and A. Joullié, *"MBE growth and characterization of type-II InAs/GaSb superlattices for mid-infrared detection",* Journal of Crystal Growth **274**, 6-13 (2005)

[P73.] A. Joullié**,** P. Christol, **J. B. Rodriguez**, H. Ait-Kaci, F. Chevrier, J. Nieto and F. De Anda, *"A survey of new laser and detector structures for 3-5 µm mid-IR spectral range*", SPIE "Advanced Optoelectronics and Lasers", Vol. **5582**, pp 211-221 (2004)

B- Conférences invitées dans des congrès

[INV1.] E. Tournié, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, J.-P. Perez, P. Christol, R. Teissier, and A.N. Baranov, *"Antimonide-based optoelectronic devices epitaxially grown on Si substrates"*, ***(oral invité)*** SPIE Photonics West, Opto-2019, "Silicon Photonics XIV", 2 – 7 February 2019, San Francisco (USA), paper 10923-11.

[INV2.] E. Tournié, H. Nguyen Van, Z. Loghmari, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, J. Tournet, G. Narcy, G. Boissier, G. Patriarche, M. Bahriz, R. Teissier, A. N. Baranov, *"InAs/AlSb quantum cascade lasers grown on silicon substrates"*, ***(oral invité)*** SPIE Photonics West, Opto-2019, "Quantum Sensing and Nano electronics and photonics XVI", 2 – 7 February 2019, San Francisco (USA), paper 10926-41.

[INV3.] E. Tournié, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, A. N. Baranov, R. Teissier, *"Mid-IR semiconductor lasers epitaxially grown on Si"*, ***(oral invité)*** GDR NANOTERAMIR, 18 – 20 juin, St Raphaël, France.

[INV4.] E. Tournié, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, R. Teissier, and A.N. Baranov, *"Epitaxial Integration of GaSb-based mid-IR devices on Silicon"*, ***(plenary conference)*** Light Conference 2019, 16 – 18 July 2019, Changchun, China.

[INV5.] E. Luna, O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, **J.-B. Rodriguez**, and A. Trampert, *"Transmission Electron Microscopy of (In,Ga)(Sb,Bi) epilauyers and quantum wells"* ***(oral invité)*** 10th International Workshop on Bismuth Containing Semiconductors, Paper Mo-7, Toulouse, France, 21-24 July

[INV6.] **J.-B. Rodriguez**, M. Rio Calvo, L. Cerutti, L. Monge Bartolomé, M. Bahriz, A.N. Baranov, R. Teissier and E. Tournié, *"Near- to mid-IR antimonide optoelectronic devices integrated on on-axis (001) Si substrates"*, ***(oral invité)*** The 9th International Symposium on Photonics and Electronic Convergence (ISPEC 2019), 26 – 27 November 2019, Tokyo, Japan

[INV7.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Luna, R. Kudrawiec, J. Kopaczek, M.P. Polak, M. Gladysiewicz, A. Trampert, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"Development of GaSbBi for the Fabrication of Mid-IR Laser Diodes"*, ***(oral invité)*** 14th International Conference on Mid-IR Optoelectronics: Materials and Devices MIOMD-XIV (MIOMD 2018), October 2018, Flagstaff, AZ (USA)

[INV8.] O. Delorme, L. Cerutti, R. Kudrawiec, E. Luna, J. Kopaczek, M. P. Polak, M. Gladysiewicz, A. Trampert, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, *"Recent advances in the molecular beam epitaxy of GaSbBi alloys and quantum wells"*, ***(oral invité)*** 20th International Conference on Molecular-Beam Epitaxy (MBE 2018), 2 – 8 September 2018, Shanghai (China).

[INV9.] E. Tournié, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, A. Castellano, A. Garreau, F. Lelarge, *"GaSb-based lasers in the telecom wavelength range monolithically integrated on Si"*, ***(oral invité)*** ECOC 2018, Workshop on Integrated Photonics, 23 September 2018, Roma (Italia).

[INV10.] E. Tournié, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, J.P. Perez, A.N. Baranov, R. Teissier, *"Antimonide-based optoelectronic devices epitaxially grown on Silicon"*, ***(oral invité)*** International nano-optoelectronics workshop (iNOW 2018), 21 – 27 July 2018, Berkeley, CA (USA)

[INV11.] A.N. Baranov, H. Nguyen-Van, Z. Loghmari, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, J. Tournet, G. Narcy, G. Boissier, G. Patriarche, M. Bahriz, E. Tournié, R. Teissier, *« Quantum cascade lasers grown on silicon »*, ***(oral invité)*** 18th Int. Conf. on Laser Optics, 4 – 8 June 2018, St Petersburg (Russia).

[INV12.] E. Tournié, A.N. Baranov, L. Cerutti, J.-P. Perez, **J.-B. Rodriguez**, *"Sb-based IR Detector and Emitter Materials"*, ***(oral invité)*** CSWeek 2018, 29 May – 1 June 2018, Boston, MA (USA)

[INV13.] **J.-B. Rodriguez**, R. Alchaar, R. Rossignol, L. Hoglund, C. Asplund, P. Christol, *"Material developments for longwave and very-longwave InAs/GaSb superlattice barrier structures infrared photodetectors"*, ***(oral invité)*** Quantum Structure Infrared Photodetectors Conference (QSIP 2018), June 16-21 2018, Stockholm (Suéde)

[INV14.] E. Tournié, A.N. Baranov, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, R. Teissier, *"Mid-IR Optoelectronic devices epitaxially grown on Silicon"*, ***(oral invité)*** CLEO 2018, 13 – 18 May 2018, San Jose, CA (USA).

[INV15.] A. Trampert, M. Niehle, H. Drube, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, E. Tournié, *"On the origin of defects during III-Sb epitaxy on Si(001)"*, ***(oral invité)*** 2018 E-MRS Spring meeting, Symposium V, 18 – 22 June 2018, Strasbourg (France).

[INV16.] E. Tournié, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, A. Castellano, G. Narcy, M. Niehle, G. Patriarche, A. Trampert, *"GaSb-based lasers epitaxially grown on Si"*, ***(oral invité)*** 2017 E-MRS Fall meeting, Symposium M, 18 – 21 September 2017, Warsaw (Poland).

[INV17.] L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, A. Castellano, K. Madiomanana, G. Narcy, and E. Tournié, *"Metamorphic III-Sb lasers epitaxially grown on Silicon"*, ***(oral invité)*** 19th European Workshop on Molecular-Beam Epitaxy, (Euro-MBE 2017), 19 – 22 March 2017, Korobytsino, St Petersburg (Russia).

[INV18.] E. Tournié, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, G. Narcy, A. Castellano, K. Madiomanana, *"Metamorphic III-Sb lasers epitaxially grown on Si substrates"*, ***(oral invité)*** International School on Epitaxial Technologies of Novel materials and Nanostructures", 15 – 17 March 2017, Ioffe Institute, St Petersburg (Russia).

[INV19.] M.J. Milla-Rodrigo, F.B. Barho, F. Gonzalez-Posada-Flores, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, and T. Taliercio, "Tuning of the localized surface plasmon wavelength in highly-doped InAsSb/GaSb nanostructures", ***(oral invité)*** SPIE Photonics West 2016, paper 9755-45, San Francisco, USA, 13-18 February 2016

[INV20.] P. Christol, M. Delmas, R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, "*Influence of the InAs/GaSb superlattice period composition on the electro-optical performances of T2SL infrared photodiode*" **(oral invité)** 3rd Lasers, Optics & Photonics Conference, Valencia, Spain, September 2015

[INV21.] P. Christol, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, E. Giard, I. Ribet-Mohamed, J. Imbert, S. Derelle, V Trinité "*Flexibility properties of type-II InAs/GaSb SL to design MWIR pin photodiodes*" **(oral invité)**, Photonic West SPIE Conference, San-Francisco, USA, February 2015

[INV22.] E. Tournié, L. Cerutti, A. Castellano, K. Madiomanana, and **J.-B. Rodriguez**, "1.55 µm GaSb-based lasers monolithically grown on Si substrates ", ***(oral invité)*** 18th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2014), FrA1-1, Flagstaff, USA, 7-12 September 2014

[INV23.] E. Tournié, L . Cerutti, K . Madiomanana, J.R. Reboul and **J.-B. Rodriguez**, ***(oral invite)*** *"Antimonides, a key-enabling-technology for integrated infrared photonics"*, SINANO 2013

[INV24.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, K. Madiomanana, J. R. Reboul, Y. Rouillard and E. Tournié, "Sb- based compound lasers on Silicon substrates", ***(oral invité)*** *Silicon & Photonics, June* 11-12, 2013, INSA de Rennes – France

[INV25.] P. Christol, R. Taalat, C. Cervera, H. Aït-Kaci, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, E. Giard, I. Ribet- Mohamed, *"InAs/GaSb superlattice photodiodes operating in the midwave infrared range"*, ***(oral invité)*** PHOTOPTICS International Conference, Barcelona, February 2013

[INV26.] T. Taliercio, V.N. Guilengui, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournie, *"All-semiconductor plasmonics for mid-IR applications"*, ***(oral invité)*** Conference on Nanophotonic Materials X Location: San Diego, CA Date: AUG 28-29, 2013, Proceedings of SPIE Volume: 8807 Article Number: UNSP 880702

[INV27.] E. Tournié, L. Cerutti, G. Boissier, Y. Rouillard, A.N. Baranov, J.P. Perez, and **J.-B. Rodriguez**, *"Antimonide-based compound semiconductors and devices grown by molecular beam epitaxy"*, ***(oral invité)*** 17th Euro-Molecular Beam Epitaxy (Euro-MBE), Paper Mo-C1, Levi, Finland. 10-13 Mars 2013.

[INV28.] P. Christol, R. Taalat, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, E. Giard, I. Ribet-Mohamed, *"InAs/GaSb superlattice pin photodiode : choice of the SL period to enhance the temperature operation in the MWIR domain"*, ***(oral invité)*** QUANTUM SENSING AND NANOPHOTONIC DEVICES X, Photonics West 2013, Proceedings of SPIE, Volume: 8631, Article Number: UNSP 86312P, DOI: 10.1117/12.2001765

[INV29.] T. Taliercio, V.N. Guilengui, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournie, *"GaSb-based all- semiconductor mid-IR plasmonics"*, **(oral invité)** QUANTUM SENSING AND NANOPHOTONIC DEVICES X, Photonics West 2013, Proceedings of SPIE, Volume: 8631 Article Number: UNSP 863120, DOI: 10.1117/12.2007903

[INV30.] E. Tournié, J.R. Reboul, K. Madiomannana, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez,** *"GaSb-based laser, monolithically grown on silicon substrate emitting near 1.5 µm at room temperature"* ***(oral invité)*** Asia Communications and Photonics Conference (ACP), Canton (Chine), Nov 2012

[INV31.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, J.R. Reboul, K. Madiomanana and E. Tournié, *"Mid-IR laser diodes epitaxially grown by Molecular Beam Epitaxy on silicon substrates"*, ***(oral invité)*** *11*th Int. Mid-IR Optoelectronics-Materials & Devices Conference (MIOMD XI), Chicago, Sept 2012

[INV32.] **J.-B. Rodriguez,** L. Cerutti, J.R. Reboul and E. Tounié, *"CW operation at RT of Sb-based laser monolithically grown on Si substrate"*, ***(oral invité)*** Photonics West 2012, paper 8268-53, San-Francisco, USA, 22-26 Janvier 2012 Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices IX",**8268**, 82681I (2012)

[INV33.] N. Hattasan, A. Gassenq, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, and G. Roelkens, *"InGaAsSb/GaSb lasers and photodetectors integrated on a silicon-on-insulator waveguide circuit for spectroscopic applications "*, ***(oral invite)*** 2nd International workshop on opportunities and challenge in mid-infrared laser-based gas sensing (MIRSENS 2), Session lasers 2, Wroclaw, Poland, 18-20 october 2012

[INV34.] I. Ribet-Mohamed, M. Tauvy, R. Taalat, C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, "Comparison of the electro-optical performances of symmetrical and asymmetrical MWIR InAs/GaSb superlattice pin photodiodes", (oral invité) Photonic West SPIE Conference, San-Francisco, January 2012Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices IX", 8268, 826833 (2012)

[INV35.] P. Christol, R. Taalat, C. Maingue-Wilson, C. Cervera, H. Aït-Kaci, **J.-B. Rodriguez**, I. Ribet-Mohamed, "*Optimization of InAs/GaSb superlattice pin photodiode design for the high temperature operation in the midwave infrared range."* ***(oral invité)*** Photonic West 2012, San-Francisco, USA, 22-26 Janvier 2012 Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices IX",**8268**, 82680T (2012)

[INV36.] P. Christol, C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, K. Jaworowicz, I. Ribet-Mohamed, *"Asymmetric InAs/GaSb superlattice pin photodiode to improve temperature operation."* ***(oral invité)*** Photonic West 2011, San-Francisco, January 2011, Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices VIII", **7945**, 79451H (2011)

[INV37.] N. Hattasan, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, D. Van Thourout, and G. Roelkens, *"Heterogeneous G a S b /SOI m i d -infrared p h o t o n i c i n t e g r a t e d c i r c u i t s f o r s p e c t r o s c o p i c applications ",* ***(oral invité)*** Photonics West 2011, paper 7945-58, San-Francisco, USA, 22-27 Janvier 2011. Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices IX",**7945**, 79451K (2011)

[INV38.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, J.R. Reboul, and E. Tournié, *"Current developments in MBE of highly mismatched materials"* ***(oral invité)*** Euro-Molecular Beam Epitaxy (Euro-MBE) 2011, Alpes d'huez, France. 20-23 Mars 2011.

[INV39.] **J.-B. Rodriguez,** L. Cerutti, P. Grech, G. Boissier, G. Narcy, and E. Tounié, *"Sb-based laser sources grown by molecular beam epitaxy on silicon substrates",* ***(oral invité)*** Photonics West 2010, 7616-31, San-Francisco, USA, 22-27 Janvier 2010. Proceedings of the SPIE " Novel In-Plane Semiconductor Lasers IX",**7616**, 76160V (2010)

[INV40.] P. Christol, C. Cervera, R. Chaghi, H. Aït-kaci, **J.-B. Rodriguez**, L. Konczewicz, S. Contreras, Jaworowicz, I. Ribet-Mohamed, *"Electronic properties of InAs/GaSb superlattice detectors to evaluate high temperature operation."* ***(oral invité)*** Photonic West 2010, San-Francisco, January 2010, Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices VII", **7608**, 76081U (2010)

[INV41.] P. Christol, C. Cervera, R. Chaghi, G. Boissier, **J.-B. Rodriguez**, A. Le Bris, J.F. Guillemoles, *"GaSb-based structures for photovoltaic applications",* ***(oral invité)*** International Workshop "Frontiers of nanoscale spintronics, photodetection & photovoltaic, Marseille, Nov. 2009

[INV42.] E. Tournié, L. Cerutti, A. Ducanchez, A. Gassenq, F. Genty, **J.-B. Rodriguez**, and AN. Baranov, *"Sb-based Mid-infrared lasers",* ***(oral invité) Workshop*** on Compound Semiconductor Devices and integrated Circuits (WOCSDICE) 2009, Paper Mon7, Malaga, Spain. 17-20 mai 2009.

[INV43.] L. Ralph Dawson, E. Plis, H. Kim, **J.-B. Rodriguez**, A. Khoshakhlagh, G. Bishop, P. Rotella, Y. Sharma, J. O. Kim, S. J. Lee, S. K. Noh, S. Krishna, *"MBE Growth of InAs/GaSb Strained Layer Superlattices for Infrared Focal Plane Arrays Using P-I-N and nBn Structures",* ***(oral invité)*** The 14th International Symposium on the Physics ofSemiconductors and Applications (ISPSA 2008) August 26-29, 2008, Jeju, Korea

[INV44.] Joullié, P. Christol, **J.-B. Rodriguez**, H. Aït-Kaci, F. Chevrier, J. Nieto, F. De Anda, *"New lasers and detector structures for mid-infrared",* ***(oral invité)*** Int. Conf. on Advanced Optoélectronics & Lasers (CAOL'2003) Alushta (Crimée), Sept 2003. IEEE Conf Proceedings ISBN 0-7803-7948-9/03, **vol 1**, pages 14-22 (2004)

C- Actes de colloques à comité de lecture

[AC1.] J. Nghiem, R. Haïdar, M. Caes, S. Bernhardt, E. Huard, J. Jaeck, S. Derelle, I. Ribet, **J.-B. Rodriguez**, L. Höglund, J. Primot, E. Costard, P. Christol, (2018). "Study of the MTF of a MWIR T2SL focal plane array in IDDCA configuration", Infrared Physics & Technology, Infrared Physics & Technology, (96), p 192-198, January 2019 (PROC. QSIP 2018)

[AC2.] I Ribet-Mohamed, J Nghiem, M Caes, M Guénin, L Höglund, E Costard, **J.-B. Rodriguez**, P Christol, (2018). *"Temporal stability and correctability of a MWIR T2SL focal plane array"*, Infrared Physics & Technology, (96), p 145-150, January 2019 (PROC. QSIP 2018)

[AC3.] Q Durlin, JP Perez, L Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, T Cerba, T Baron, E Tournié, P Christol, (2018). "Midwave infrared barrier detector based on Ga-free InAs/InAsSb type-II superlattice grown by molecular beam epitaxy on Si substrate", Infrared Physics & Technology, (96), p 39-43, January 2019 (PROC. QSIP 2018)

[AC4.] L Höglund, **J.-B. Rodriguez**, R Marcks von Würtemberg, S Naureen, R Ivanov, C Asplund, R Alchaar, P Christol, A Rouvié, J Brocal, O Saint-Pé, E Costard, (2018). *"Influence of shallow versus deep etching on dark current and quantum efficiency in InAs/GaSb superlattice photodetectors and focal plane arrays for long wavelength infrared detection"*, Infrared Physics & Technology, (95), p 158-163, December 2018 (PROC. QSIP 2018)

[AC5.] A Yèche, F Boulard, C Cervera, JP Perez, **J.-B. Rodriguez**, P Christol, O Gravrand, (2018). *"Development of Electron Beam Induced Current for diffusion length determination of VLWIR HgCdTe and MWIR T2SL based photodetectors"*, Infrared Physics & Technology, (95), p 170-176 (PROC. QSIP 2018)

[AC6.] P. Christol, M. Delmas, R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, "Influence of the InAs/GaSb superlattice period composition on the electro-optical performances of T2SL infrared photodiode", J Phys Chem Biophys 5:197, doi:10.4172/2161-0398.1000197 (PROC. 3rd Lasers, Optics & Photonics Conference 2015)

[AC7.] M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, R. Taalat, L. Konczewicz, W. Desrat, S. Contreras, E. Giard, I. Ribet-Mohamed and P Christol, "Midwave *infrared InAs/GaSb superlattice photodiode with a dopant-free p-n junction."*, Infrared Physics & Technology, Volume 70, May 2015, Pages 76-80 (PROC. QSIP 2014)

[AC8.] J. Imbert, V. Trinite, S. Derelle, J. Jaeck, E. Giard, M. Delmas, M. Carras, R. Haidar, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, *"Electronic structure of InAs/GaSb superlattice for the modelling of MWIR pin photodiode"*, Infrared Physics & Technology, Volume 70, May 2015, Pages 81-86 (PROC. QSIP 2014)

[AC9.] E. Giard, I. Ribet-Mohamed, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez** and P. Christol, "*Influence of the p-type doping on the radiometric performances of MWIR InAs/GaSb superlattice photodiodes*", Infrared Physics & Technology, Volume 70, May 2015, Pages 103-106 (PROC. QSIP 2014)

[AC10.] R. Taalat, **J.-B. Rodriguez**, C. Cervera, I. Ribet-Mohamed, P. Christol, *"Electrical characterizations of asymmetric InAs/GaSb superlattice MWIR photodiodes"*, Infrared Physics & Technology Volume 59, July 2013 (PROC. QSIP 2012), Pages 32–35, http://dx.doi.org/10.1016/j.infrared.2012.12.006

[AC11.] C. Cervera, I. Ribet-Mohamed, R. Taalat, J.P. Perez, P. Christol and **J.-B. Rodriguez**, *"Dark Current and Noise Measurements of an InAs/GaSb Superlattice Photodiode Operating in the Midwave Infrared Domain"*, Journal of Electronic Materials, Vol. **41**, No. 10, 2714 (2012) (PROC. 2011 U.S. Workshop on the Physics and Chemistry of II-VI Materials)

[AC12.] C. Cervera, K. Jaworowicz, H. Aït-Kaci, R. Chaghi, **J.-B. Rodriguez**, I. Ribet-Mohamed and P. Christol, "*Temperature dependence performances of InAs/GaSb superlattice photodiode",* Infrared Physics and Technology (PROC. QSIP 2010), **54**, 258-262 (2011)

[AC13.] L. Konczewicz, S. Contreras, H. Aït-Kaci, Y. Cuminal, **J.-B. Rodriguez** and P. Christol, "*Effect of pressure on electrical properties of short period InAs/GaSb superlattice",* Physica Status Solidi B **246**, 643-647 (2009) (PROC. 13th International Conference on High Pressure Semiconductor Physics (HPSP13))

[AC14.] B. Satpati, **J.-B. Rodriguez**, A. Trampert, E. Tournié, A. Joullié and P. Christol, "*Interface analysis of InAs/GaSb superlattices grown by MBE",* Journal of Crystal Growth, **301-302**, 889-892 (2007) (PROC. 14th International Conference on Molecular Beam Epitaxy MBE XIV)

[AC15.] P. Christol, L. Konczewicz, Y. Cuminal, H. Ait-Kaci, **J.-B. Rodriguez**, A. Joullie, *"Electrical properties of short period InAs/GaSb superlattice"*, Physica Status Solidi C - Current Topics in Solid State Physics **Vol 4, No 4**, Pages: 1494-1498 DOI: 10.1002/pssc.200674136 (2007)

D- Communications à des conférences internationales

[C1.] U. Zavala-Moran, R. Alchaar, J.P. Perez, **J.-B. Rodriguez**, M. Bouschet, V.H. Compean, F. de Anda, P. Christol, *"Antimonide-based Superlattice Infrared Barrier Photodetectors"* ***(oral)*** PHOTOPTICS International Conference, La Valette, Malta, February 2020

[C2.] U. Zavala-Moran, R. Alchaar, J.P. Perez, **J.-B. Rodriguez**, M. Bouschet, V. H. Compean, F. de Anda, P. Christol, *"Infrared unipolar XBn and XBp superlattice photodetectors"* (oral) The 9th International Symposium on Optronics in Defence & Security (OPTRO 2020), Paris, February 2020

[C3.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Luna, A. Trampert, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"Study of In incorporation into GaSbBi alloys"*, ***(oral)*** 20th European Workshop on Molecular Beam Epitaxy (EuroMBE 2019), February 2019, Lenggries, Germany

[C4.] Marta Rio Calvo, **J.-B. Rodriguez**, Laurent Cerutti, and Eric Tournié, *"GaSb growth on Si (001) using a GaAs nucleation layer"*, ***(oral)*** 20th European Workshop on Molecular Beam Epitaxy (EuroMBE 2019), February 2019, Lenggries, Germany.

[C5.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Luna, A. Trampert, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, *"Molecular-beam epitaxy of Ga(In)SbBi alloys and QWs"* ***(oral)*** 10th International Workshop on Bismuth Containing Semiconductors, Paper Mo-2, Toulouse, France, 21-24 July

[C6.] R. Alchaar, **J.-B. Rodriguez**, L. Höglund, P. Christol, "*Characterization and performance analysis of InAs/GaSb T2SL photodetector for LWIR/VLWIR spectral domain",* ***(poster)*** Infrared Colloquium, Freiburg, March 2019

[C7.] L. Monge Bartolomé, M. Bahriz, D.A. Diaz-thomas, G. Narcy, M. Rio Calvo, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti and E. Tournié, *"Toward mid-IR optoelectronic devices on silicon photonic integrated circuits"* ***(poster)*** International nano-optoelectronics workshop (iNOW 2019), Guangzhou, China, 20-28 July 2019.

[C8.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, *"In-Situ determination of the growth conditions of GaSbBi alloys"* ***(poster)*** 10th International Workshop on Bismuth Containing Semiconductors, Toulouse, France, 21-24 July 2019

[C9.] P. Christol, R. Alchaar, **J.-B. Rodriguez**, L. Höglund, S. Naureen, R. Marcks von Würtemberg, C. Asplund, E. Costard A. Rouvié, J. Brocal, O. Saint-Pé, "InAs/GaSb Type-II Superlattice (T2SL) photodetector operating in the very-long wavelength infrared (VLWIR) domain", ***(poster)*** ICSO 2018, 9-12 October 2018, Chania (Greece)

[C10.] R. Alchaar, **J.-B. Rodriguez**, R. Rossignol, L. Höglund, E. Costard, P. Christol, *"Electrical and electro-optical characterizations of LWIR/VLWIR T2SL barrier photodetectors"*, ***(oral)*** Workshop Infrared detection for space applications, 3-5 July 2018, Toulouse

[C11.] R. Alchaar, **J.-B. Rodriguez**, R. Rossignol, L. Höglund, P. Christol, *"Infrared InAs/GaSb type-II superlattice XBp barrier photodetectorsfor space applications"*, ***(poster)*** GDR NanoTeraMIR 2018 workshop, 29-31 May 2018, Montpellier (France)

[C12.] L. Höglund, **J.- B. Rodriguez**, S. Naureen, R. Ivanov, C. Asplund, R. Marcks von Würtemberg, R. Rossignol, P. Christol, A. Rouvié, J. Brocal, O. Saint-Pé, E. Costard, *"Very long wavelength type-II InAs/GaSb superlattice infrared detectors"*, ***(oral)*** SPIE Defense + Commercial Sensing 2018, Infrared Technology and Applications XLIV, 15-19 April 2018, Orlando (USA), Proceedings SPIE https://doi.org/10.1117/12.2292977

[C13.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Luna, A. Trampert, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"GaSbBi/GaSb quantum well laser diodes"*, ***(oral)*** 8th International Workshop on Bismuth-Containing Semiconductors, July 23rd - 26th, 2017, Marburg, Germany

[C14.] E. Luna and A. Trampert, O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"Transmission Electron Microscopy of Ga(Sb,Bi) Epilayers and Quantum Wells for Optoelectronic Applications"*, ***(oral)*** 8th International Workshop on Bismuth-Containing Semiconductors, July 23rd - 26th, 2017, Marburg, Germany

[C15.] T. Cerba, M. Martin, J. Moeyaert, S. David, J.-L. Rouviere, L. Cerutti, R. Alcotte, **J.-B. Rodriguez**, H. Boutry, F. Bassani, Y. Bogumilowicz, E. Tournié, T. Baron, ***(oral)*** *"Integration of III-V materials on (001)-Si substrate for optoelectronic and nanoelectronic applications"*, 2017 E-MRS Fall meeting, Symposium M, 18 – 21 September 2017, Warsaw (Poland).

[C16.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, **J.-B. Rodriguez**, *"High Bi-content GaSbBi alloys for mid-IR applications"*, ***(oral)*** CSWeek 2017, 14 – 18 May 2017, Berlin (Germany).

[C17.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"GaSbBi alloys for mid-infrared optoelectronics"*, ***(oral)*** Freiburg Infrared Colloquium, 14 – 15 March 2017, Freiburg, Germany.

[C18.] M. Delmas, R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, D. Huffaker, *"Design and modelling of longwave infrared InAs/GaSb superlattice barrier detectors"*, ***(oral)*** 44th International Symposium on Compound Semiconductors (ISCS), Berlin, May 2017

[C19.] M. Delmas, R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, D. Huffaker, *"Performance analysis of MWIR InAs/GaSb photodiode"*, ***(oral)*** Freiburg Infrared Colloquium, Freiburg, March 2017

[C20.] J. Nghiem, J. Jaeck, E. Giard, M. Caes, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, R. Haidar, E. Costard, I. Ribet-Mohamed, *"MTF and FPN measurements to evaluate midwave infrared T2SL focal plane arrays"*, ***(oral)*** Photonic West SPIE Conference, San-Francisco, February 2017, Proceedings SPIE "Quantum Sensing, Nanoelectronics & Photonics XIV", 10111, 101111D (2017)

[C21.] Q. Durlin, J.P. Perez, R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, B. Delacourt, J. Rothman, C. Cervera, P. Christol, *"InAs/InAsSb superlattice structure tailored for detection of the full midwave infrared spectral domain"*, ***(oral)*** Photonic West SPIE Conference, San-Francisco, February 2017, Proceedings SPIE "Quantum Sensing, Nanoelectronics & Photonics XIV", 10111, 1011112 (2017)

[C22.] R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, Q. Durlin, H. Aït-Kaci, J.P. Perez, F. Martinez, F. Gonzales Posada, P. Christol, *"InAs/InAsSb superlattice structure tailored for detection of the full midwave infrared spectral domain"*, ***(oral)*** Photonic West SPIE Conference, San-Francisco, February 2017, Proc. SPIE "Quantum Sensing, Nanoelectronics & Photonics XIV", 10111, 101111H (2017)

[C23.] J. Nghiem, E. Giard, M. Delmas, R. Rossignol, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, M. Caes, M. Tauvy, H. Martijn, I. Ribet-Mohamed, *"Radiometric Characterization of Type-II InAs/GaSb Superlattice (T2SL) Midwave Infrared Photodetector"*, ***(oral)*** International Conference on Space Optics (ICSO2016), Biarritz, October 2016

[C24.] M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, D. Huffaker, "*Infrared photodetectors based on type-II InAs/GaSb superlattice material system"*, ***(poster)*** UK Semiconductors 2016 conference, Sheffield, July 2016

[C25.] A. Vasiliev, M. Muneeb, A. Ruocco, A. Malik, H. Chen, M. Nedeljkovic, J.S. Penades, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, G. Z. Mashanovich, M.K. Smit, E. Tournié and G. Roelkens, "*3.8 µm Heterogeneously Integrated III-V on Silicon Micro-Spectrometer, 18th European Conference on Integrated Optics"*, ***(oral)*** 18 – 20 May 2016, Warsaw (Poland).

[C26.] A. Castellano, L. Cerutti, G. Narcy, **J.-B. Rodriguez**, A. Garreau, F. Lelarge and E. Tournié, *"GaSb lasers grown on Silicon substrate emitting in the telecom wavelength range"*, ***(oral post-deadline)*** International Symposium on Compound Semiconductors 2016 (ISCS), Paper Th-LN2, Japan, 11-15 may 2016.

[C27.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"Molecular Beam Epitaxy and characterization of high Bi content GaSbBi alloys"*, ***(oral)*** 19th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2016), Montpellier, France, 4-9 September 2016

[C28.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, and E. Tournié, *"GaSb grown by molecular beam epitaxy on silicon substrates"*, ***(oral)*** 19th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2016), Montpellier, France, 4-9 September 2016

[C29.] A. Castellano, L. Cerutti, G. Narcy, **J.-B. Rodriguez**, F. Lelarge and E. Tournié, *"GaSb lasers grown on Silicon substrate for telecom application"*, ***(oral)*** 19th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2016), Montpellier, France, 4-9 September 2016

[C30.] M. Nielhe, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, K. Madiomanana, E. Tournié and A. Trampert, *"On the origin of threading dislocations during III-Sb epitaxy on Si (001)"*, ***(oral)*** 19th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2016), Montpellier, France, 4-9 September 2016

[C31.] M.Milla-Rodrigo, F. Barho, F. Gonzalez-Posada, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié and T. Taliercio, *"Surface plasmon resonance sensing of highly doped InAsSb/GaSb nanoribbons"*, ***(poster)*** 19th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2016), Montpellier, France, 4-9 September 2016

[C32.] G. Boissier L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, and E. Tournié, *"Fine tuning of n- and p-type doping of GaSb epitaxial layers"*, ***(poster)*** 19th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2016), Montpellier, France, 4-9 September 2016

[C33.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"Molecular Beam Epitaxy and characterization of high Bi content GaSbBi alloys"*, ***(oral)*** 13th Infrared Optoelectronics: Materials and devices (MIOMD-XI), Beijing, China, 18-22 September 2016

[C34.] M. J. M. Rodrigo, T. Taliercio, L. Cerutti, F. Gonzalez-Posada Florès, F. Barho, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, J.-J. Greffet, "*Brewster mode: optical monitoring of the semiconductor doping level"*, ***(oral)*** Photonic West OPTO (SPIE), San Francisco, CA, United States,13 - 18 February 2016

[C35.] T. Taliercio, E. Tournié, **J.-B Rodriguez**, L. Cerutti and J.J. Greffet, *"Observation of Fano resonances in highly doped semiconductors plasmonic resonators"* ***(poster),*** SPIE Optics + Photonics 2015, paper 9547-129, San Diego, USA, 9-13 August 2015

[C36.] T. Taliercio, V. N'Tsame Guilengui, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti and E. Tournié, *"Observation of Fano resonances in highly doped semiconductors plasmonic resonators"* ***(oral),*** SPIE Optics + Photonics 2015, paper 9547-40, San Diego, USA, 9-13 August 2015

[C37.] T. Taliercio, V. Guilengui, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, and E. Tournié, *"Highly doped semiconductor plasmonics for mid-IR applications"* ***(oral),*** Surface Plasmin Photonics (SPP7), paper Mo-01-E-3, Jerusalem, Israel, May 31 – June 5, 2015

[C38.] K. Madiomamnana, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, A. Castellano, M. Bahri, L. Largeau, O. Mauguin, G. G. Patriarche and E. Tournié, *"Substrate cleaning process for the MBE growth of Sb-based heterostructures on Si substrates"* ***(poster),*** 18th Euro-Molecular Beam Epitaxy (Euro-MBE), Paper Tu-P6, Canazei, Italy. 15-18 March 2015.

[C39.] P. Christol, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, "*InAs/GaSb Nanostructure Engineering to Design Type-II Superlattice Midwave Infrared Photodiode",* ***(oral)*** Nanomeeting 2015 Conference, Minsk, Belarus, May 2015

[C40.] L.Cerutti, A. Castellano, K. Madiomanana, **J.-B. Rodriguez**, F. Lelarge and E. Tournié, *"GaInSb/AlInSb coupled QWs on GaSb for telecom laser"* ***(oral)*** SPIE Photonics West 2015, paper 9382-2, San Francisco, USA, 8-12 February 2015

[C41.] P. Christol, **J.-B. Rodriguez**, M. Delmas and R. Taalat, "*Progress on type-II InAs/GaSb Superlattice (T2SL) Infrared Photodetector: from MWIR to VLWIR spectral domains"* ***(oral),*** International Conference on Space Optics (ICSO2014), Ténérife, October 2014

[C42.] M. Bahri, L. Largeau, O. Mauguin, G. Patriarche, K. Madiomanana, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, and E. Tournié, *"Structural characterization of GaSb-based heterostructures grown on Si"*, ***(poster)*** 18th International Microscopy Congress (IMC 2014), MS-8-P-1648, Prague, Czech Republic, 7-12 September 2014

[C43.] M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, J. Imbert, V. Trinité, J. Jaeck, S. Derelle, E. Giard and I. Ribet-Mohamed, "*TCAD modeling & characterization of InAs/GaSb superlattice photodiode device for MWIR detection"* ***(oral),*** 12th Int. Mid-IR Optoelectronics-Materials & Devices Conf (MIOMD XII), Montpellier, October 2014

[C44.] L.Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, Q. Gaimard, V. N'Tsame-Guilengui, T. Taliercio, A. Vicet and E. Tournié, *"GaSb-based grating regrowth for mid-infrared optoelectonic devices"* ***(oral),*** 18th International Conference on Molecular Beam Epitaxy (MBE) - 7-12 september 2014 - Flagstaff (USA)

[C45.] A. Castellano, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, K. Madiomanana, F. Lelarge, and E. Tournié, "GaSb active zones grown by MBE for emission near 1.55 µm", ***(poster)*** 18th Conference on Molecular Beam epitaxy (MBE2014), P-56, Flagstaff, USA, 7-12 September 2014

[C46.] M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, L. Konszewicz, E. Giard, I. Ribet-Mohamed and P. Christol, "*Dopant-free superlattice MWIR pin photodiode.*" ***(oral)***, Quantum Structure Infrared Photodetector (QSIP) Conference, Santa-Fe, July 2014

[C47.] J. Imbert, V. Trinité, S. Derelle, M. Carras, R. Haidar, J. Jaeck, B. Vinter, **J.-B. Rodriguez** and P. Christol, *"Modeling and measurement of optical properties in InAs/GaSb superlattice structures"* ***(oral)***, Quantum Structure Infrared Photodetector (QSIP) Conference, Santa-Fe, July 2014

[C48.] E. Giard, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol and I. Ribet-Mohamed, "*Radiometric performances of MWIR InAs/GaSb superlattice pin photodiodes"* ***(oral)***, Quantum Structure Infrared Photodetector (QSIP) Conference, Santa-Fe, July 2014

[C49.] E. Giard, R. Taalat, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol and I. Ribet-Mohamed, "*Comparison of the electro-optical performance of MWIR InAs/GaSb superlattice pin photodiodes and FPA with asymmetrical designs"* ***(oral)***, DSS SPIE Conference, Baltimore, May 2014 Proceedings of the SPIE "Infrared Technology and Applications XL", **90700X**, 90700W-9 (2014)

[C50.] J. Imbert, V. Trinité, S. Derelle, M. Carras, R. Haidar, J. Jaeck, B. Vinter, **J.-B. Rodriguez** and P. Christol, *"Modelisation and measurement of optical properties in InAs/GaSb superlattice structure"* ***(poster)***, 41st International Symposium on Compound Semiconductors (ISCS 2014), Montpellier, May 2014

[C51.] A. Castellano, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, K. Madiomanana, F. Lelarge, E. Tournie, "*GaSb-based active zones for laser emission at 1.55 µm"* ***(oral)*** 41st International Symposium on Compound Semiconductors (ISCS 2014), Montpellier, May 2014

[C52.] E. Giard, I. Ribet-Mohamed, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez** and P. Christol, *"Effect of the InAs to GaSb thickness ratio on the quantum effciency of T2SL MWIR PIN photodiodes"* ***(poster)***, 41st International Symposium on Compound Semiconductors (ISCS 2014), Montpellier, May 2014

[C53.] M. Delmas, R. Taalat, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, E. Giard and I. Ribet-Mohamed, *"Optical properties of type-II binary superlattice for infrared photodiode device"* ***(poster)***, 41st International Symposium on Compound Semiconductors (ISCS 2014), Montpellier, May 2014

[C54.] M. Delmas, R. Taalat, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, E. Giard, I. Ribet-Mohamed, J. Imbert, S. Derelle and V Trinité, *"Analysis of electrical and electro-optical characteristics of midwave infrared InAs/GaSb SL pin photodiodes"* ***(oral)***, Photonic West SPIE Conference, San-Francisco, February 2014. Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices XI", 89930Z-89930Z-10 (2014)

[C55.] L. Rubaldo, A. Brunner, N. Péré-Laperne, D. Bauza, P. Christol, R. Taalat and **J.-B. Rodriguez**, "*Defects study in IR photodetectors by DLTS"* ***(oral)***, II-VI workshop, Chicago, October 2013

[C56.] E. Giard, I. Ribet-Mohamed, M. Caes, R. Taalat, M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, "*Noise measurements for the performance analysis of infrared photodetectors*", ***(oral)*** International Conference on Noise and Fluctuation (ICNF 2013), Montpellier, June 2013, IEEE Proceedings, doi : 10.1109/ICNF.2013.6578996

[C57.] N. Hattasan, A. Gassenq, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournie, G. Roelkens, *"Integrated Thin-Film GaSb-based Fabry-Perot Lasers: Towards a Fully Integrated Spectrometer on a SOI Waveguide Circuit"*, ***(oral)*** QUANTUM SENSING AND NANOPHOTONIC DEVICES X, Photonics West 2013, Proceedings of SPIE Volume: 8631, Article Number: UNSP 863114, DOI: 10.1117/12.2000707

[C58.] L. Rubaldo, A. Brunner, N. Péré-Laperne, D. Bauza, P. Christol, R. Taalat, **J.-B. Rodriguez** "*Defects study in IR photodetectors by DLTS*", ***(oral)*** II-VI workshop, Chicago, October 2013.

[C59.] **J.-B. Rodriguez**, R. Taalat, M. Delmas, Y. Laaroussi and P. Christol, *"Influence of the GaSb layer thickness on the properties of InAs/GaSb superlattice photodiodes"*, **o** International Symposium on Compound Semiconductors 2013 (ISCS), Kobe, Japan, May 2013.

[C60.] K. Madiomanana, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, and E. Tournié, *"Impact of nucleation conditions on the properties of GaSb-based heterostructures grown by MBE on GaAs substrates."* ***(poster)*** 17th International Conference on Molecular Beam Epitaxy (MBE 2012), Nara, Japan, September 23-28, 2012.

[C61.] Ribet-Mohamed, M. Tauvy, R. Taalat, C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, *"Comparison of the electro-optical performances of symmetrical and asymmetrical MWIR InAs/GaSb superlattice pin photodiodes."* ***(oral)*** Photonic West 2012, San-Francisco, USA, 22-26 Janvier 2012. Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices IX", **8268**, 826833 (2012)

[C62.] V. Ntsame Guilengui, T. Taliercio, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez** and E. Tournié, *"Highly doped semiconductors for mid-infrared plasmonics"*, ***(oral)*** 36th Workshop on Compound Semiconductor Devices and Integrated Circuits (WOCSDICE 2012), Session Electromagnetics, Porquerolles, France, 28-30 mai 2012

[C63.] E. Ryckeboer, A. Gassenq, N. Hattasan, B. Kuyken, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, G. Roelkens, W. Bogaerts, and R. Baets, *"Integrated spectrometer and integrated detectors on Silicon-on-Insulator for short-wave infrared applications", (**oral**)* IEEE Conference on Laser and Electro-Optics (CLEO) 2012, Paper CTu1A.3, San-Jose, USA, 6-11 Mai 2012.

[C64.] V. Ntsame Guilengui, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié and T. Taliercio, *"Surface and localized Plasmons Polaritons on arrays of doped and un-doped semiconductors"* ***(oral),*** 1 1 th Int. Mid-IR Optoelectronics-Materials & Devices Conference (MIOMD XI), Chicago, Sept 2012.

[C65.] V. Ntsame Guilengui, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez** and T. Taliercio, "Experimental study of surface plasmons polaritons on arrays of doped and un-doped semiconductors" ***(oral)*** 3rd International Conference on Metamaterials, Photonic Crysatls and Plasmonics (META2012), Session Mid-infrared and THz plasmonics, Paris, France, 19-22 Avril 2012

[C66.] R. Taalat, **J.-B. Rodriguez**, C. Cervera, H. Aït-Kaci, P. Christol, I. Ribet-Mohamed, *"The influence of the InAs/GaSb SL period on the performance of type-II SL MWI Photodiodes."* ***(oral),*** 11th Int. Mid-IR Optoelectronics-Materials & Devices Conference (MIOMD XI), Chicago, Sept 2012.

[C67.] T. Taliercio, V. Ntsame Guilengui, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, and E. Tournié, "Surface and localized plasmons polaritons on arrays of doped and un-doped semiconductors", ***(poster)*** 11th Infrared Optoelectronics: Materials and devices (MIOMD-XI), Day 3-Session 3, Chicago, USA, 4-8 September 2012

[C68.] P. Christol, R. Taalat, C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, I. Ribet-Mohamed, "*An overview of the InAs/GaSb infrared detector technology.", **(oral)*** 5th International Symposium on Optronics in Defence and Security (OPTRO 2012), Paris, February 2012

[C69.] R. Taalat, I. Ribet-Mohamed, C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, "*Analysis of electrical and phototelectrical characterizations of InAs/GaSb SuperlatticeMWIR photodiodes."* ***(oral),*** Quantum Structure Infrared Photodetector (QSIP) Conference, Cargèse, Juin 2012

[C70.] C. Cervera, I. Ribet-Mohamed, R. Taalat, J.P. Perez, P. Christol, **J.-B. Rodriguez**, "*Dark current and noise characterization to evaluate the performance of InAs/GaSb SL photodiodes operating in the mid-wave infrared domain."* ***(oral)***, II-VI workshop, Chicago, October 2011

[C71.] Ribet-Mohamed, K. Jaworowicz, D. Tayibi, C. Cervera, R. Taalat, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, *"Noise performance analysis of MWIR InAs/GaSb superlattice pin photodiodes."* ***(oral)***, DSS SPIE Conference, Orlando, April 2011. Proceedings of the SPIE "Infrared Technology and Applications XXXVII", **8012**, 80120Z (2011)

[C72.] L. Cerutti, J.R. Reboul, **J.-B. Rodriguez** and E. Tournié, *"Sb-based laser grown on Si substrate operating in CW above room temperature"* ***(oral* post deadline*)***, International Symposium on Compound Semiconductors 2011 (ISCS), Berlin, Germany, 20 24 mai 2011.

[C73.] C. Cervera, R. Taalat, P. Christol, **J.-B. Rodriguez**, K. Jaworowicz, I. Ribet-Mohamed, L. Konczewicz, S. Contreras, "Performance analysis of symmetrical and asymmetrical InAs/GaSb superlattice pin photodiode." ***(oral)*** DSS SPIE Conference, Orlando, April 2011Proceedings of the SPIE "Infrared Technology and Applications XXXVII", **8012**, 801213 (2011)

[C74.] C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, H. Aït-Kaci, P. Christol, K. Jaworowicz, I. Ribet-Mohamed, **"***Improvement of MWIR SL Photodiode using an asymmetrical period design"* ***(poster)*** 10th Int. Mid-IR Optoelectronics-Materials & Devices Conference (MIOMD X), Shanghai, Sept 2010

[C75.] K. Jaworowicz, C. Cervera, O. Gravrand, **J.-B. Rodriguez,** P. Christol and I. Ribet-Mohamed, *"Dark Current and noise measurements in InAs/GaSb Superlattice Detectors"* ***(oral)*** Photonic West 2010, San-Francisco, January 2010. Proceedings of the SPIE "Quantum Sensing and Nanophotonic Devices VII", **7608**, 76081T (2010)

[C76.] J.P. Perez, **J.-B. Rodriguez**, R. Chaghi, P. Christol. F. Fagnou, H. Sik, **"***Molecular beam epitaxy of InSb involving hydrogene plasma substrate cleaning"* ***(poster)*** 16th International Conference on Molecular Beam Epitaxy, Berlin, August 2010.

[C77.] R. Chaghi, C. Cervera, F. Fagnou, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, H. Sik *"Surface treatments of Sb-based materials for infrared photodetectors"* ***(poster)*** MOLMAT 2010 Conference, Montpellier, July 2010

[C78.] Y. Cuminal, N. Cammalleri, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, A. Foucaran, A. Dollet, A. Perona, L. Pujol, *"GaSb based solar cells designed for high solar concentration"* ***(poster)*** Thin films 2010 international conference, Aix en Provence, July 2010

[C79.] L. Cerutti, J.R. Reboul, **J.-B. Rodriguez**, and E. Tournié, Oral: *"Sb-based lasers grown on highly mismatched substrates"*, ***(oral)*** Mid Infrared and Optical Material Devices (MIOMD) 2010, Shanghai, China. 5-9 September 2010.

[C80.] N. Hattasan, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, D. Van Thourhout, and G. Roelkens, *"Heterogeneous Integration of GaSb-based epitaxy on silicon-on-insulator: towards mid-infrared photonic integrated circuits for environmental and bio-medical applications"*, ***(oral)*** Mid Infrared and Optical Material Devices (MIOMD) 2010, Shanghai, China. 5-9 September 2010.

[C 8 1 .] L. Konczewicz, S. Contreras, M. Baj, C. Cervera, J.P. Perez, R. Chaghi, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, *"Residual carrier concentration in InAs/GaSb superlattice structures to define optimized midwave infrared photodiode"* ***(oral)*** Exmatec Conference 2010, Darmstadt, May, 2010

[C82.] L.Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, and E. Tournié, *"GaSb based, 1.55 mum laser monolithically integrated on Silicon substrate operating at room temperature "* ***(oral)*** IEEE Indium Phosphide and Related Materials (IPRM) 2010, Paper Tha1-2, Kagawa, Japon, 31 mai-3 juin 2010

[C83.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti**,** and E. Tournie, *"Mid-IR Sb-Based Lasers Grown on Highly Mismatched GaAs and Si Substrates"* ***(oral)*** International Symposium on Compound Semiconductors 2009 (ISCS), Santa Barbara, USA, 30 Août-2 Septembre 2009.

[C84.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, and E. Tournié, "Mid-IR GaSb-based lasers on highly mismatched GaAs and Si substrates" , **(oral)** Workshop on Compound Semiconductor Devices and integrated Circuits (WOCSDICE) 2009, Paper Mon7, Malaga, Spain. 17-20 mai 2009.

[C85.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, and E. Tournié, *"Demonstration of Laser Operation at Room-Temperature of an Sb-Based Mid-Infrared Multi-Quantum-Well Structure Monolithically Grown on a Silicon Substrate"* **(oral post deadline)** IEEE Conference on Laser and Electro-Optics (CLEO) 2009, Paper CPDA4, Baltimore, USA, 1-5 Juin 2009. ISBN: 1-55752-770-9.

[C86.] L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, P. Grech and E. Tournié, *"Room Temperature, Continuous Wave Operation of an Sb-Based Laser Grown on GaAs Substrate"* ***(oral)*** IEEE Conference on Laser and Electro-Optics (CLEO) 2009, Paper CTUGG4, Baltimore, USA, 1-5 Juin 2009. ISBN: 1-55752-770-9.

[C87.] C. Cervera, J.P. Perez, H. Aït-Kaci, R. Chaghi, **J.-B. Rodriguez**, **P. Christol,** L. Konczewicz, S. Contreras, *"Transport measurements in InAs/GaSb superlattice structures for mid-infrared photodiode."* ***(poster*** 16th International Conference on Electron Dynamics in Semiconductors, Optoelectronics and nanostructures (EDISON 16), Montpellier, August 2009. Proceedings in Journal of Physics-Conference Series **193**, p. 012030 (2009).

[C88.] R. Chaghi, C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol**,** H. Aït-Kaci, D. Boukredimi, M. Mebarki, "*Surface treatment of antimonide-based materials by electrochemical process"* ***(oral)*** 2nd International Workshop on Chemistry and Applications (CIC2), Batna, Algérie, November 2009

[C89.] R. Chaghi, C. Cervera, H. Aït-Kaci, P. Grech, Y. Cuminal, **J.-B. Rodriguez** and P. Christol, *"New chemical etching procedures of antimonide-based materials for infrared detectors"* ***(oral)*** 2d International Meeting on Materials for Electronic Applications, Hammamet- Tunisie, May 2009.

[C90.] C. Cervera, R. Chaghi, **J.-B. Rodriguez**, H. Aït-Kaci and P. Christol, "Fabrication and Characterization of InAs/GaSb Superlattice Photodiode." ***(poster)*** 33rd Workshop on Compound Semiconductor Devices & Integrated Circuits (WOCSDICE), Malaga, May 09.

[C91.] **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, and E. Tournié, *"Mid-IR GaSb-based lasers on highly mismatched GaAs and Si substrates"* ***(oral)*** 33rd Workshop on Compound Semiconductor Devices & Integrated Circuits (WOCSDICE), Malaga, May 09.

[C92.] H. Aït-Kaci, D. Boukredimi, M. Mebarki, R. Chaghi, Y. Cuminal, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol *"Surface treatments of Sb-based photodetectors"* ***(poster)*** Conference Maghreb-Europe MADICA 2008, Rabat-Maroc, october 2008.

[C93.] R. Chaghi, Y. Cuminal, H. Aït-Kaci, **J.-B. Rodriguez**, L. Konczewicz and P. Christol, *"Improvement performances of InAs/GaSb superlattice photodiode"* ***(poster)*** International Conference EXMATEC'08, Lodz June 2008.

[C94.] S.D. Das, Y.L. Goh, C.H. Tan, J.P.R. David, E. Plis, **J.-B. Rodriguez**, Y.D. Sharma, H.S. Kim and S. Krishna, *"Infrared Photodiodes Based on Type-II Strained Layer Superlattices"* ***(oral)*** SPIE Europe Security and Defense, September 2008, Proceedings of the SPIE "Electro-Optical and Infrared Systems: Technology and Applications V", **7113**, 71130I (2008)

[C95.] E. Plis, G. Bishop, L.R. Dawson, A. Khoshakhlagh, H.S. Kim, P. Rotella, **J.-B. Rodriguez**, A. Reisinger, M. Sundaram and S. Krishna, *"Mid-Wave Infrared nBn InAs/GaSb Strained Layer Superlattice Detectors Grown by Molecular Beam Epitaxy"* ***(oral)*** International conference on Molecular Beam Epitaxy, August 2008, Vancouver, Canada

[C96.] Khoshakhlagh, E. Plis, A. Antoszewski, T.V. Chandrasekhar-Rao, L.R. Dawson, L. Faraone, F. Jaeckel, S.J. Lee, K. Malloy, **J.-B. Rodriguez** and S. Krishna, *"Study of residual doping in Type-II InAs/GaSb Superlattices grown by Molecular Beam Epitaxy"* ***(oral)*** International conference on Molecular Beam Epitaxy, August 2008, Vancouver, Canada

[C97.] E. Plis, **J.-B. Rodriguez**, G. Bishop, H.S. Kim, Y.D. Sharama, L.R. Dawson, J. Bundas, R. Cook, D. Burrows, R. Dennis, K. Patnaude, A. Reisinger, M. Sundaram, L.R. Dawson and S. Krishna *"Reduction of leakage currents in nBn-based long-wave infrared detectors using type-II InAs/GaSb superlattices"* ***(oral)*** SPIE Defense and Security Symposium 2007, Orlando, March 2008, Proceedings of the SPIE "Infrared Technology and Applications XXXIV", **6940**, 69400E (2008)

[C98.] H. Aït-Kaci, D. Boukredimi, M. Mebarki, Y. Cuminal, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, *"Infrared photodiodes operating at room temperature for bi-color detection."* ***(poster)*** International Conference on Physics and Application (ICPA'2007), Oran, décember 2007.

[C99.] H.S. Kim, G.D. Bishop, **J.-B. Rodriguez**, Y.D. Sharma, E. Plis, L.R. Dawson, and S. Krishna *"Suppressed Surface Leakage CurrentUsing nBn Infrared Detector Based on Type II InAs/GaSb Strain Layer Superlattices"* ***(oral)*** 20th Annual Meeting of the IEEE Lasers & Electro-Optics Society (LEOS October 2007), Florida.

[C100.] Y.D. Sharma, **J.-B. Rodriguez**, H.S. Kim, G.D. Bishop, E. Plis, L.R. Dawson, and S. Krishna, *"Type II Strain Layer Superlattices (SLS's) Grown on GaAs Substrates"* ***(oral)*** 20th Annual Meeting of the IEEE Lasers & Electro-Optics Society (LEOS October 2007), Florida.

[C101.] Khoshakhlagh, **J.-B. Rodriguez**, E. Plis, G.D. Bishop, Y.D. Sharma, H.S. Kim, L.R. Dawson, and S. Krishna, *"Bias dependent two-color response from InAs/(In,Ga)Sb type II strain layer superlattice detectors"* ***(oral)*** Advanced Infrared Technology and Applications (AITA October 2007), Léon (Mexico).

[C102.] E. Plis, **J.-B. Rodriguez**, G. Bishop, H.S. Kim, A. Khoshakhlagh, Y.D. Sharma, L.R. Dawson and S. Krishna, *"nBn detectors based on type-II InAs/(In,Ga)Sb strain layer superlattices"* ***(oral)*** North American Molecular Beam Epitaxy (NAMBE) Conference, Albuquerque (September 2007).

[C103.] G. Bishop, **J.-B. Rodriguez**, E. Plis, Y.D. Sharma, H.S. Kim, L.R. Dawson and S. Krishna, *"Band Structure Engineered InAs/GaSb/AlGaSb Type II Superlattice Mid-Wave Infrared Photodiodes"* ***(oral)*** North American Molecular Beam Epitaxy (NAMBE) Conference, Albuquerque (September 2007).

[C104.] **J.-B. Rodriguez**, E. Plis, G. Bishop, H. Kim, Y. Sharma, S.J. Lee, L.R. Dawson, G. Balakrishnan, D. Huffaker and S. Krishna, *"High operating temperature InAs/GaSb type-II strain layer superlattice detectors"* ***(oral)*** SPIE Defense and Security Symposium 2007, Orlando (April 2007). Proceedings of the SPIE " Infrared Technology and Applications XXXIII", **6542**, 654208 (2007)

[C105.] **J.-B. Rodriguez**, E. Plis, S.J. Lee, L.R. Dawson and S. Krishna, ***"****Structural and optical characterization of InAs/GaSb nanoscale superlattices for mid- infrared detection"* ***(oral)*** IEEE NANO 2006, Cincinnati (July 2006).

[C106.] P. Christol, A. Trampert, B. Satpati, **J.-B. Rodriguez** and A. Joullié, *"High quality InAs/GaSb superlattice suitable for MWIR detection"* ***(oral)*** Int. Conference on Superlattices, Nanostructures, Nanodevices (ICSNN 2006), Istanbul, august 2006

[C107.] P. Christol, Y. Cuminal, **J.-B. Rodriguez**, A. Joullié, V.K. Kononenko, A.A. Afonenko and D.V. Ushakov, *"Electrical & optical properties of InAs/InSb/GaSb superlattices for mid-infrared applications."* ***(oral)*** 14th International Symposium "Nanostructures : Physics and Technology" St Petersburg, june 2006.

[C108.] Y. Cuminal, P. Christol**, J.-B. Rodriguez** and A. Joullié, *"Multiphysic FEMLAB modelisation to evaluate mid-infrared photonic detector performances."* ***(poster)*** International FEMLAB conference, Paris, november 2005, proceeding in Finite Element in Analysis and Design-**44**, 611-616 (2008)

[C109.] **J.-B. Rodriguez**, P. Christol**,** F. Chevrier, J. Niéto and A. Joullié, *"A superlattice infrared photodetector operating at room temperature in the 3-5 µm wavelength domain"* ***(poster)*** 12th International Conference on Narrow Gap Semiconductors (NGS12), Toulouse, July 2005. Journal of Physics-Conference Series **187**, ISBN 0750310162, p.403-408 (2006).

[C110.] J. Niéto, F. De Anda, H. Aït-Kaci, M. Mebarki, F. Chevrier, Y. Cuminal, A. Salesse, P. Grech, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol and A. Joullié, *"Hig R0A GaSb-based heterostructures for room temperature photodetection in 2-5µm wavelength range"* ***(poster)*** 12th International Conference on Narrow Gap Semiconductors (NGS12), Toulouse, July 2005.

[C111.] **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, F. Chevrier and A. Joullié, *"Improved InAs/GaSb superlattices for mid-infrared detection"* ***(poster)*** 6th Int Mid-Infrared Optoelectronics-Materials and Devices Conference (MIOMD VI). St Petersburg, june 2004

[C112.] **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, F. Chevrier and A. Joullié, *"Strain-compensated InAs/GaSb superlattices: first step towards the realisation of high- performance SLIP detectors"* ***(oral)*** Semiconductor and Integrated Opto-Electronics Conference (SIOE'04). Cardiff, april 2004

E- Colloques nationaux

[N1.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié and **J.-B. Rodriguez**, *"Ga(In)SbBi alloys for mid-IR applications: growth and characterization"*, **(poster)** 16ème Journées Nano, Micro et Optoélectronique (JNMO 2018), 13-15 Juin Cap Esterel

[N2.] L.Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, K. Madiomanana, A. Castellano and E. Tournié, *« Épitaxie par jets moléculaires de semi-conducteurs à base d'antimoine sur substrat Si pour la photonique »* ***(oral)***, GDR PULSE, 27-29 Octobre 2014, Toulouse

[N3.] E. Tournié, L. Cerutti, A. Castellano, K. Madiomanana and **J.-B. Rodriguez**, *« Intégration épitaxiale de lasers à base de GaSb sur substrat Si pour émission du proche au moyen IR »* ***(oral)***, GDR ONDE,

[N4.] Y. Laaroussi, **J.-B. Rodriguez**, R. Taalat, M. Delmas, P. Christol, *"Fabrication technologique de photodétecteurs infrarouges à base de superréseaux InAs/GaSb"*, XVème Journées Nationales µélectronique Optoélectronique (JNMO). Evian, Mai 2013.

[N5.] R. Taalat, C. Cervera, J.P. Perez, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, I. Ribet-Mohamed, *« Photodétecteur à Superréseaux InAs/GaSb pour une nouvelle génération de détecteur infrarouge »* ***(poster)*** Journée Nationale du Réseau Doctoral en Microélectronique (JNRDM), Paris, Mai 2011

[N6.] C. Cervera, R. Taalat, J.P. Perez, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, I. Ribet-Mohamed, *« Performances actuelles et perspectives des photodétecteur à Superréseaux InAs/GaSb »* ***(oral)*** Journée Détecteurs Infrarouges, SAGEM-Paris, Mars 2011

[N7.] C. Cervera, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, L. Konczewicz, S. Contreras, K. Jaworowicz, I. Ribet- Mohamed, *« Propriétés électriques de photodiodes infrarouges à superréseaux InAs/GaSb »* ***(poster)*** XIIIème Journées Nationales µélectronique Optoélectronique (JNMO). Les Issambres, Sept 2010.

[N8.] **J.-B. Rodriguez**, JR Reboul, L. Cerutti, E. Tournié, *"Lasers moyen-infrarouge à base d'antimoine réalisés sur substrats largement désaccordés"* ***(poster)*** 13èmes Journées Nano et Micro-électronique et Optoélectronique, Papier P28, les Issambres, 28 septembre-1 octobre 2010.

[N9.] JR. Reboul, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, E. Tournié, **"***Lasers antimoniures émettant à 1.55 µm sur substrat silicium"* ***(poster)*** 13èmes Journées Nano et Micro-électronique et Optoélectronique, Papier P29, les Issambres, 28 septembre-1 octobre 2010.

[N10.] Ribet-Mohamed, C. Cervera, R. Chaghi, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, O. Gravrand, P. Gilet, *« Analyse des potentialités de la technologie "super-réseaux" pour les détecteurs infrarouge de très hautes performances »* ***(poster)*** Journée MRIS-DGA. Paris, Mai 2009

[N11.] F. Fagnou, R. Chaghi, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, H. Sik, *« Photodiode InSb pour matrice de détecteurs infrarouges grand format »* ***(poster)*** Journée Nationale du Réseau Doctoral en Microélectronique (JNRDM). Lyon, Mai 2009

[N12.] C. Cervera, R. Chaghi, **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, *« Photodétecteur à base de Superréseaux InAs/GaSb pour imagerie infrarouge »* ***(poster)*** Journée Nationale du Réseau Doctoral en Microélectronique (JNRDM). Lyon, Mai 2009

[N13.] R. Chaghi, C. Cervera, P. Grech, H. Aït-Kaci, **J.-B. Rodriguez**, Y. Cuminal, P. Christol, J.M. Peiris, F. Pichot, *« Traitement chimique par voie humide de la surface des photodétecteurs à Superréseaux InAs/GaSb pour imagerie infrarouge »* ***(poster)*** Journée NanoMicroélectronique 2009. Paris, Février 2009

[N14.] Y. Cuminal, G. Ferblantier, P. Christol, F. Chevrier, **J.-B. Rodriguez** et A. Joullié, « *Photodétecteurs infrarouges non refroidis à superréseaux InAs/GaSb : modelisation et caractérisation optique. »* ***(poster)*** XIème Journées Nationales Microélectronique Optoélectronique (JNMO). Aussois (avril 2006).

[N15.] **J.-B. Rodriguez**, P. Christol, F. Chevrier et A. Joullié, « Superréseaux InAs/GaSb pour imagerie infrarouge multispectrale haute définition. » ***(poster)*** Xème Journées Nationales Microélectronique Optoélectronique (JNMO). La Gde Motte (juin 2004).

[N16.] H. Aït-Kaci, M. Mebarki, J. Niéto, F. de Anda, **J.-B. Rodriguez**, F. Chevrier, P. Christol, A. Joullié, *« Photodétectteur à hétérostructure InAsSb sur substrat GaSb pour moyen infrarouge. »* ***(poster)*** IXème Journées Maghrébines des Sciences et Matériaux (JMSM'04), Oran (mai 2004).

[N17.] J. Nieto, H. Aït-Kaci, **J.-B. Rodriguez**, F. Chevrier, F. de Anda, A. Joullié et P. Christol, *« Hétérostructures semiconductrices à base d'antimoniures pour imagerie moyen infrarouge. »* ***(poster)*** IIIème rencontre franco-espagnole sur la chimie & la physique de l'état solide, Montpellier (mars 2004).

F- Brevets

[B1.] L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez,** E. Tournié
"Laser emission system, heterostructure and active zone having coupled quantum sub-wells, and use for 1.55 µm laser emission"
FR20090005726 (2009)
WO2011064475 (A1) (2011)

G- Chapitres d'ouvrages

[BOOK1.] O. Delorme, L. Cerutti, R. Kudrawiec, E. Luna, J. Kopaczek, M. Gladysiewicz, A. Trampert, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, "*GaSbBi alloys and heterostructures: fabrication and properties"*, in: *Bismuth-Containing Alloys and Nanostructures*, edited by Wang, Shumin and Lu, Pengfei (Springer Series in Materials Science, Vol. 285, 2019), pp. 125-161. ISBN : 978-981-13-8077-8.

[BOOK2.] E. Tournié, A. Castellano, K. Madiomanana, A. Garreau, F. Lelarge, **J.-B. Rodriguez**, and L. Cerutti, GaSb lasers grown on Silicon for telecom applications, In: *Molecular-Beam Epitaxy, from research to mass production,* Second edition, edited by M. Henini (Elsevier, Amsterdam, 2018), pp. 625 – 635. ISBN: 978-0-12-812136-8.

[BOOK3.] E. Tournié, **J.-B. Rodriguez**, L. Cerutti, R. Teissier, A. N. Baranov, Epitaxial integration of antimonide-based semiconductor lasers on Si, In: *Silicon Photonics*, edited by S. Lourdudoss, R. T. Chen and C. Jagadish, in Semiconductors and Semimetals, vol. 99, pp. 1 – 25 (Academic Press, San Diego, 2018). ISSN: 0080-8784. doi: 10.1016/bs.semsem.2018.08.002

[BOOK4.] E. Plis, **J.-B. Rodriguez**, S. Krishna, *"Type-II superlattice Detectors"* In "Comprehensive Semiconductor Science and Technology." Volume 6 (pp. 229-264). Editors: Pallab Bhattacharya, Roberto Fornari, and Hiroshi Kamimura ISBN: 978-0-444-53153-7. 2011.

5. Activités de recherche

A- Introduction

Cette partie résume mes activités de recherche depuis ma thèse. Ces travaux ont comme points communs l'épitaxie de semiconducteurs III-V antimoniurés, et l'étude de composants optoélectroniques infrarouges (IR) réalisés à partir de ces alliages. Les antimoniures sont les matériaux semiconducteurs III-V dont le paramètre de maille est proche de 6.1 Angströms (GaSb, InAs, AlSb et leurs alliages). Cette famille de matériaux possède une grande variété de bandgaps et d'alignements de bandes (Figure 1) qui permet l'élaboration d'hétérostructures complexes, particulièrement pour la réalisation de composants optoélectroniques dans l'IR.

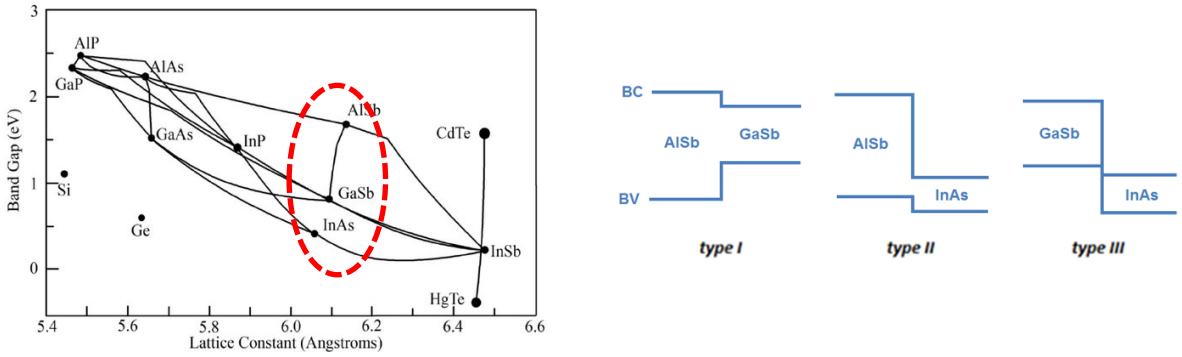

Figure 1 : (à gauche) Paramètre de maille et bandgap des principaux matériaux semiconducteurs, (à droite) alignements de bandes de conduction et de valence entre AlSb / InAs / GaSb.

Je donne dans cette partie une description de mes activités de recherche, et en particulier mon implication dans deux thématiques principales : l'hétéro-épitaxie de matériaux antimoniures sur substrats Silicium, qui a constitué mon projet de recherche lors du concours CR2 ; et la fabrication et optimisation de composants photodétecteurs infrarouges à base de superréseaux InAs/GaSb sur lesquels je travaille depuis ma thèse. J'ai d'autre part récemment démarré une activité sur l'utilisation de l'atome de Bismuth avec nos matériaux que je décris également.

B- Hétéro-épitaxie de matériaux III-Sb sur substrats de Silicium

A. Motivation – Contexte

L'intégration de composants III-V à la technologie Silicium est étudiée depuis de nombreuses années, dans l'objectif de coupler les avantages des deux familles de matériaux. Les premiers permettent en effet de réaliser des composants optoélectroniques performants dans une très large gamme de longueurs d'onde, tandis que composants et puces Silicium de plus en plus complexes occupent une place toujours plus importante dans la technologie et le quotidien actuels. La photonique Silicium s'est très largement développée au cours des dernières décennies, et de nombreux composants passifs sont désormais disponibles. Des avancées ont été réalisées concernant notamment les liens optiques à des longueurs d'onde télécom (1.3 µm en particulier).

L'objectif est de généraliser l'échange d'information de puce à puce (ou plus généralement entre divers éléments au sein d'un même système miniaturisé) par des signaux lumineux, à l'instar de ce qui existe déjà à une échelle macroscopique pour les fibres optiques transportant internet ou de serveur à serveur dans un datacenter par exemple. Les détecteurs de gaz ou molécules sont un autre domaine qui pourrait à terme profiter de cette technologie. Dans ces deux exemples, l'idée est de miniaturiser et intégrer sur une très petite surface différents éléments tels que des émetteurs et récepteurs de lumière, ainsi que des guides d'onde pouvant contenir une ou plusieurs fonctions optiques. L'intégration de la source de lumière reste néanmoins un challenge important puisque le Silicium est un semiconducteur à gap indirect. Des techniques dites hétérogènes, dans lesquelles un composant ou matériau III-V est collé à une puce contenant la circuiterie Silicium, ont connu à ce titre un essor considérable[1]. À long terme pourtant, le véritable « graal » consisterait à épitaxier directement les composants sur la plateforme Silicium, éliminant de fait les difficultés liées au collage : précision d'alignement, rendement, retrait du substrat III-V, etc. La croissance de III-V sur substrat Silicium est cependant particulièrement difficile en raison des différences importantes existant entre ces matériaux en termes de structure cristalline, paramètre de maille, et coefficient de dilatation thermique. Ces différences conduisent à la formation d'une densité importante de défauts cristallins[2] (dislocations, parois d'antiphase, micro-macles, cracks etc.) qui se propagent au travers des couches du composant et dégradent sévèrement ses performances. De nombreux laboratoires ont travaillé depuis les années 80 à lever ce verrou par une meilleure compréhension de la génération de ces défauts, des particularités de l'interface III-V / Si etc., et les moyens techniques tant de fabrication que de caractérisation ont fait d'immenses progrès depuis cette époque. Ces progrès, ainsi que l'émergence de nouveaux enjeux technologiques ont récemment fait revenir cette thématique au premier plan, après une période de relative léthargie.

Depuis 2008, au sein de l'équipe Nanomir, je travaille avec Éric Tournié (Pr) et Laurent Cerutti (MCF) à revisiter ces problématiques pour la croissance par épitaxie-par-jets-moléculaires de matériaux antimoniures sur Silicium. L'objectif est de réaliser des composants performants dans l'infrarouge, et de les coupler à de la photonique Silicium afin de constituer des détecteurs de gaz complètement miniaturisés par exemple. Nous avons sur ce sujet une collaboration étroite avec des laboratoires spécialistes en microscopie électronique en transmission : le LPN/C2N et le Paul Drude Institut de Berlin essentiellement et plus ponctuellement le CEMES. Les échanges avec ces laboratoires de référence sont essentiels pour nous. Ils nous éclairent sur la physique des défauts cristallins, et nous avons d'autre part ainsi accès à des informations vitales sur la microstructure de nos interfaces, ce qui permet une meilleure compréhension de ce que nous observons par ailleurs par des techniques de caractérisation plus communes (AFM, diffractions de rayons X, PL, etc.). Nous avons également des collaborations avec la communauté concernée en France, notamment avec l'équipe FOTON de l'INSA de Rennes et le CRHEA. Bien que ces laboratoires travaillent sur des matériaux différents, la confrontation des problématiques et des différentes observations s'avère très riche d'enseignements. Enfin des collaborations plus ou moins formelles se sont aussi nouées au cours du temps avec des industriels (Alcatel / III-V lab), des spécialistes de l'intégration hétérogène (Université de Ghent, CEA-LETI) etc.

En ce qui me concerne, une grande partie de mon travail s'est focalisée sur la réduction de la densité de défauts, et à la validation des différentes avancées par la réalisation de composants. Je détaille dans les paragraphes suivants les travaux menés dans ce cadre.

[1] G. Roelkens et al., Photonics 2015, 2(3), 969-1004
[2] S.F. Fang et al., J. Appl. Phys. 68(7), 1990

B. Préparation de la surface du substrat de Silicium

Au cours de nos premiers essais, nous avons rapidement identifié que l'état de surface du substrat de Silicium au moment du démarrage de la croissance du matériau III-Sb était un paramètre déterminant. Contrairement à notre première intuition, obtenir une surface parfaitement plane et sans impureté est une tâche extrêmement délicate en raison de la très forte réactivité de la surface du Silicium (001). Cette étape consistant à retirer l'oxyde mais aussi toute trace d'impureté de la surface a représenté une difficulté certaine au démarrage de ce projet. Les préparations s'avéraient compliquées mais surtout non reproductibles ou inefficaces, engendrant l'apparition de défauts dans les couches épitaxiées en quantité variable d'un échantillon à un autre. Les défauts dus à une surface mal préparée sont principalement des macles, se formant sur une impureté ou une rugosité. La Figure 2 est une image TEM en coupe montrant une série de plans maclés dont l'origine est clairement un défaut visible à la surface du substrat de Silicium. La présence d'un volume maclé a également été vérifiée par une mesure de figure de pôles par diffraction de rayons X. Les traitements thermiques *in situ* à très hautes températures (> 1100°C) sont dans notre cas difficilement réalisables (four adapté à des températures allant de 300 à 800°C) et contre-productifs car de telles températures font « dégazer » des espèces III, V et autres impuretés présentes sur les parois de notre bâti, et qui peuvent dès lors interagir avec la surface du substrat. Une solution à ce problème majeur consiste à adopter un traitement chimique *ex situ*, éventuellement couplé à un traitement thermique *in situ* à plus basse température, typiquement de l'ordre de 800°C. La préparation chimique consiste à enlever par gravure l'oxyde natif, puis à reformer un oxyde propre, que l'on grave finalement pour débarrasser la surface des impuretés. Encore une fois, l'extrême réactivité de la surface de Silicium impose des conditions de manipulation drastiques et la littérature regorge de protocoles complexes, type Shiraki ou RCA.

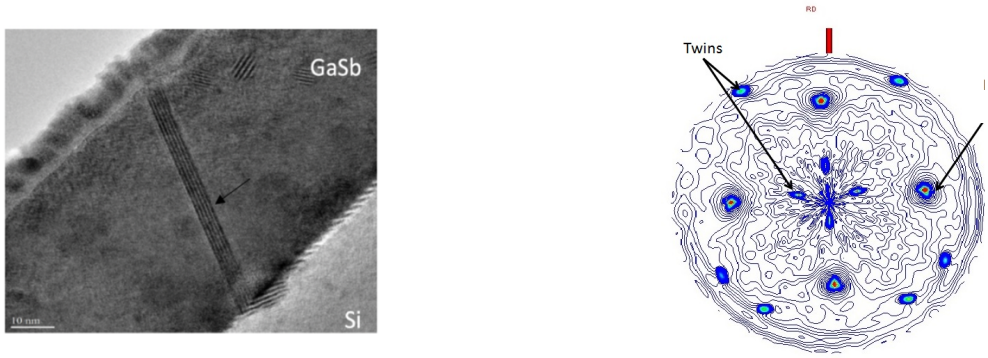

Figure 2 : (à gauche) Mesure TEM faisant apparaître une série de plans maclés dus à la présence de défauts à la surface du Silicium, (à droite) figure de pôle, les pics correspondant aux plans maclés sont identifiés. (photo TEM et figure de pôles : G. Patriarche et L. Largeau, C2N).

Ceux-ci sont tout à fait maîtrisables dans un environnement tel que les salles blanches automatisées des géants de la micro-électronique, mais peu compatibles avec nos environnements habituels de recherche. De nombreux essais basés sur les techniques décrites dans la littérature nous ont convaincu de la nécessité de mettre en place un protocole à la fois simple, efficace et reproductible. Nous avons donc décidé de développer notre propre méthode au cours de la thèse de Karine Madiomanana, dans le cadre de l'ANR ANTIPODE, dont l'objectif était de comprendre les mécanismes de nucléation de divers matériaux III-V (AlSb/GaSb, GaP, GaN) sur substrat Silicium. L'idée principale de cette étude a été de diminuer au maximum le nombre d'étapes et de solutions chimiques employées de manière à limiter au maximum les possibilités de recontamination de la surface. Pour cela, nous avons en particulier choisi de remplacer la traditionnelle oxydation chimique de la

surface par une méthode d'oxydation par voie sèche, par exposition à un plasma d'oxygène. Nous avons ainsi développé une méthode de préparation ne comportant que deux étapes principales : oxydation plasma et gravure dans une solution de HF dilué [P30.].

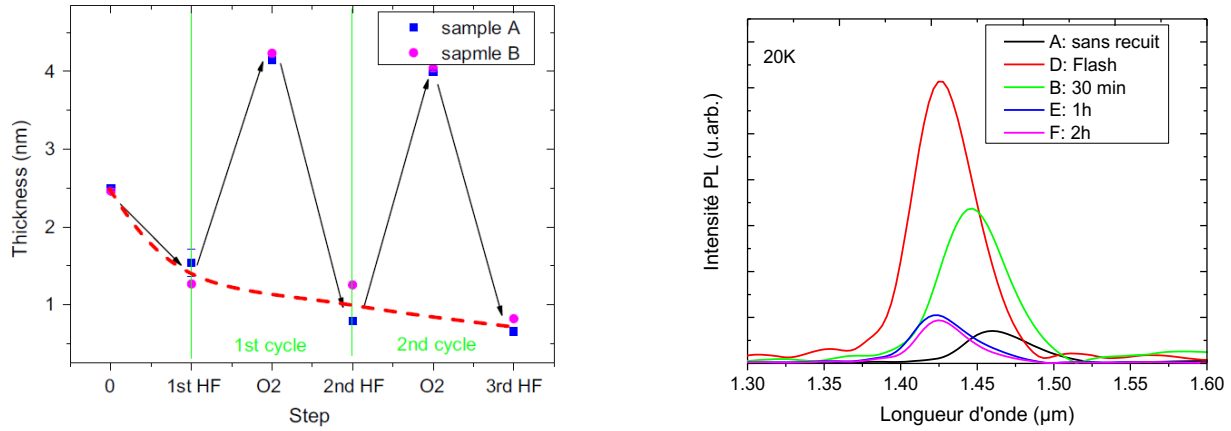

Figure 3 : Évolution de l'épaisseur de la couche d'impuretés et d'oxyde en surface (à gauche), influence de la durée de recuit à 800°C sur l'intensité de PL (à droite).

L'étude a consisté en l'optimisation des différents paramètres de ces deux étapes : puissance, durée et débit d'O_2 pour le plasma, durée et dilution pour la solution de gravure, ainsi qu'à l'optimisation du nombre de cycles oxydation/gravure. Pour ce faire, nous avons utilisé un suivi par ellipsométrie de la couche d'impureté/oxyde en surface du substrat, permettant de caractériser à chaque étape, de manière non destructive et rapide l'état de la surface. L'évolution de l'épaisseur de la couche de surface au cours de la préparation est présentée Figure 3. On distingue parfaitement les réductions d'épaisseur correspondant aux étapes de gravure, et d'augmentation correspondant aux phases d'oxydation plasma au cours des deux cycles que compte la préparation optimisée. L'épaisseur finale mesurée est significativement plus faible que l'épaisseur de départ, et est du même ordre de grandeur que la rugosité de surface (~ 0.3 nm). Cette dernière a été caractérisée par AFM afin de vérifier qu'il n'y avait pas de dégradation de la planéité de la surface ou d'apparition de défauts engendrés par notre méthode de préparation.

Nous avons ensuite voulu compléter cette préparation *ex situ* par un traitement thermique à l'intérieur de la chambre de croissance, et avons déterminé que dans le réacteur MBE disponible à l'époque, un recuit rapide à 800°C donnait les meilleurs résultats. Pour cela, des structures à puits quantiques ont été épitaxiées sur substrats Si préparés avec la méthode décrite précédemment, et l'intensité de photoluminescence a été comparée (Figure 3). On voit clairement qu'un recuit court améliore grandement l'efficacité de luminescence, qui décroit ensuite avec l'augmentation de la durée de recuit. Ce dernier effet est attribué à une recontamination de la surface de Si par l'environnement III-V du bâti, non adapté à des températures aussi élevées.

Cette étude de fond nous a ainsi permis de définir une méthode de préparation des substrats de Si avant croissance III-V à la fois simple, efficace et reproductible.

C. Étude de l'initiation de la croissance

Les préparations inadaptées des substrats de Si que nous réalisions précédemment induisaient une quantité très élevée de défauts dans les couches de matériaux III-V. Chaque impureté ou rugosité présente sur la surface initiale donnait lieu à des absences de croissance, ou bien à des défauts tels que des macles. Cette énorme quantité de défauts masquait de manière aléatoire ceux issus de la croissance du III-V, et dont les origines sont principalement le désaccord de paramètre de maille et l'interface polaire/non polaire (sur laquelle nous reviendrons plus en détail dans la section E de ce chapitre). L'introduction d'une méthode efficace et reproductible de préparation du substrat a ainsi permis de passer à l'étude et la réduction des défauts issus de la nucléation du III-V sur Si proprement dite.

La plupart des défauts que l'on retrouve ensuite dans le matériau III-V sont en effet générés aux tout premiers instants de la croissance. Un grand nombre de dislocations apparait afin d'accommoder le très fort changement de paramètre de maille, tandis que des fautes d'empilement – macles et parois d'antiphase en particulier – apparaissent à des endroits où le passage d'un matériau non-polaire (Si) à un matériau polaire (le III-V) est mal maîtrisé, ou bien sur des défauts de la surface de Si. De ce fait, les conditions d'initiation de la croissance jouent un rôle majeur sur la qualité du matériau III-V final. Dans notre cas, la littérature sur le sujet fait clairement ressortir qu'initier la croissance par une fine couche d'AlSb avant de poursuivre par une couche de GaSb plus épaisse permet une amélioration de la qualité du GaSb[3]. Nous avons d'ailleurs vérifié ce point en comparant deux couches de GaSb épitaxiées avec et sans couche d'AlSb. Le résultat est spectaculaire : en insérant une monocouche (ML) d'AlSb à l'interface, soit une épaisseur nominale de 0.3 nm seulement, la rugosité RMS de la surface finale de la surface de GaSb passe de quasiment 30 à moins de 5 nm (Figure 4) ! La largeur à mi-hauteur des pics de diffraction de rayons X (~3 000 et 725 arcsec) ainsi que l'intensité des spectres de photoluminescence (augmentation d'un facteur ~5) corroborent cette amélioration très significative de la qualité structurale du matériau.

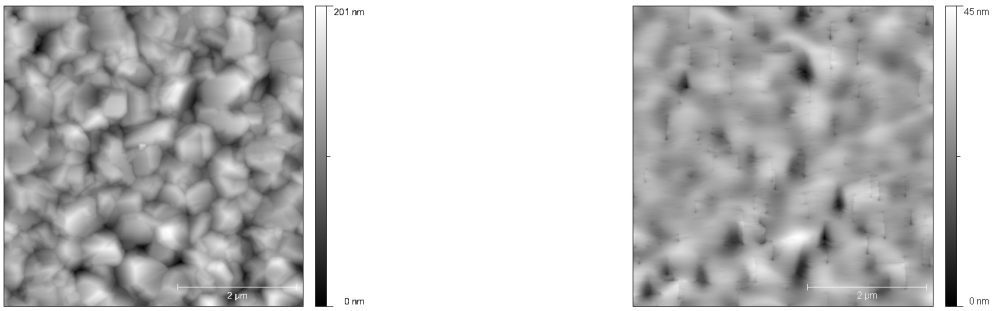

Figure 4 : Images AFM de la surface d'une couche de GaSb épitaxiée avec (à droite) et sans (à gauche) couche de nucléation AlSb.

À ce stade, il était cependant difficile de comprendre le mécanisme permettant cette amélioration, et il restait à optimiser ce démarrage AlSb. La littérature sur le sujet comporte des éléments, mais aucune étude complète n'avait été réalisée concernant les conditions de croissance de l'AlSb. Toujours dans le cadre de l'ANR ANTIPODE et de la thèse de Karine, nous nous sommes donc attelés à cette tâche, en nous focalisant dans un premier temps sur deux éléments : la température du substrat durant l'épitaxie de l'AlSb et l'épaisseur nominale d'AlSb déposé. La structure de test comprend une couche de nucléation d'AlSb, une couche plus épaisse (500 nm) de GaSb, puis une structure à puits quantique (Figure 5). Plusieurs séries d'échantillons ont été réalisées, en

[3] G. Balakrishnan et al., Appl. Phys. Lett. 86, 034105 (2005)

faisant varier la température de croissance et l'épaisseur de la couche d'AlSb. La séquence de croissance est également présentée sur la Figure 5.

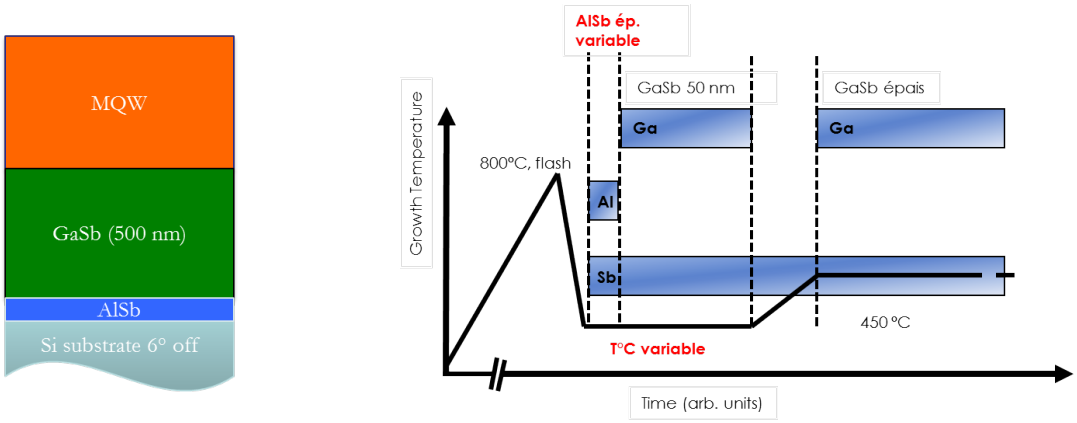

Figure 5 : Empilement de la structure test (à gauche) et séquence du début de la croissance de ces structures (à droite).

Nous avons mené une campagne de caractérisation par diffraction de rayons X (XRD) pour comprendre l'effet des deux paramètres investigués sur la qualité du matériau. La première étape a consisté à mesurer et comparer la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de GaSb de ces échantillons. Cette grandeur est en effet très sensible à la quantité globale de défauts dans le matériau, dont la présence élargit le pic mesuré en raison de la déformation du réseau cristallin qu'ils induisent. Le résultat est présenté sur la Figure 6, qui montre les FWHM obtenus en fonction de l'épaisseur de la couche de nucléation AlSb pour des températures de substrat de 400, 450 et 500°C.

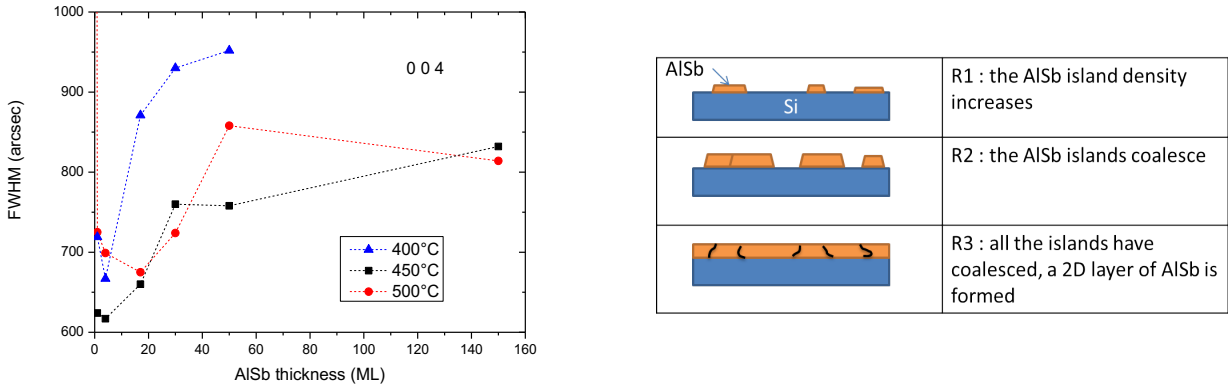

Figure 6 : Variation de la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de de GaSb mesurés par XRD pour différentes épaisseurs d'AlSb et différentes températures de substrat (à gauche). Description schématique des différentes étapes de formation et coalescence des îlots d'AlSb (à droite).

Plusieurs enseignements émergent de ces résultats. Tout d'abord, les trois courbes obtenues pour les trois températures ont globalement la même allure : on observe tout d'abord une diminution du FWHM, puis une très nette dégradation, et finalement une zone dans laquelle l'augmentation de l'épaisseur n'influe plus que marginalement sur le FWHM. Cette évolution caractéristique doit nécessairement pouvoir être reliée à la morphologie de la couche d'AlSb. Dans un premier temps, l'AlSb forme des îlots, dont la coalescence permet

ensuite la formation d'une couche à proprement parler. Nous avons ainsi proposé que la qualité du matériau dépend de la densité d'îlots d'AlSb, qui agissent comme des sites de nucléation efficaces pour le GaSb. Vu sous cet angle, la compréhension de l'amélioration initiale (entre 1 et 17 MLs pour la courbe à 500°C par exemple) est évidente : en augmentant l'épaisseur nominale d'AlSb, on augmente la densité d'îlots, la qualité du matériau s'améliore, et l'optimum de FWHM correspond à l'épaisseur d'AlSb déposée donnant une densité maximale. Une fois cette densité maximale atteinte, l'ajout d'AlSb conduit à la coalescence des îlots et non plus à la formation de nouveaux îlots : la taille moyenne des îlots augmente, mais la densité, elle, diminue, et la qualité du matériau se dégrade. Enfin, lorsque tous les îlots ont coalescé, une couche bidimensionnelle est formée, l'ajout d'AlSb ne modifie plus qu'à la marge la morphologie de surface, ce qui explique la quasi-absence d'évolution du FWHM pour les grandes épaisseurs d'AlSb. On peut aussi voir sur les courbes de la Figure 6 que l'optimum de FWHM se décale vers les grandes épaisseurs d'AlSb lorsqu'on augmente la température. Cette observation est tout à fait cohérente avec l'explication donnée plus haut : augmenter la température du substrat augmente la mobilité des atomes à la surface, de plus gros îlots d'AlSb se forment, et il faut donc une épaisseur nominale plus importante qu'à basse température pour atteindre une densité d'îlots maximale.

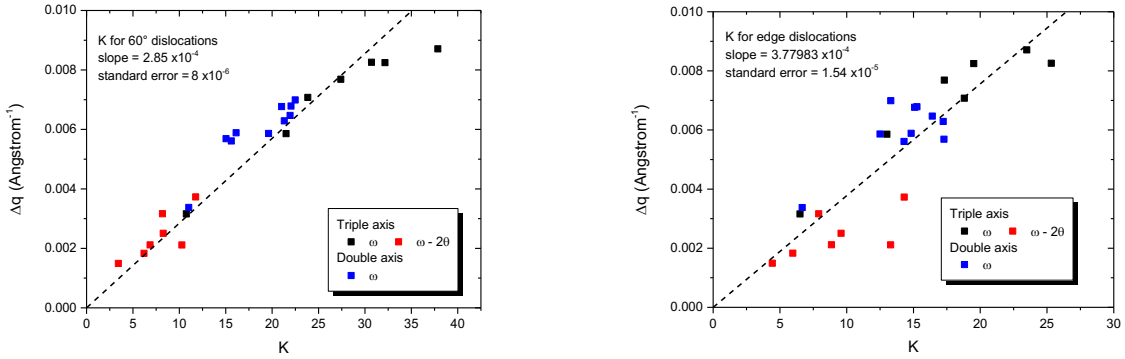

Figure 7 : Analyse Williamson-Hall modifiée de l'élargissement des pics de GaSb mesurés par XRD en considérant (à gauche) ou non (à droite) la présence de dislocations à 60°.

Nous l'avons dit précédemment, de nombreux types de défauts sont susceptibles d'être générés lors de la croissance d'un matériau III-V sur substrat Si. L'étape suivante a consisté à mieux comprendre lesquels étaient prépondérants dans notre cas. Nous avons donc mené des caractérisations XRD plus fines et avons trouvé que la situation était très différente suivant que l'on soit à basse ou haute température [P17.][P25.]. Dans le cas d'échantillons épitaxiés à 500°C, nous avons en effet déterminé par une analyse Williamson-Hall modifiée[4] que l'élargissement des pics de GaSb provenait des imperfections du réseau de dislocations coins à l'interface entre le Si et le III-V (Figure 7). Cette analyse est basée sur les calculs théoriques proposés par Kaganer *et al.*[4], qui permet de relier la largeur des pics de diffraction de rayons X mesurés dans différentes configurations (Δq) à la densité (ρ) et à la nature des dislocations générées à l'interface entre la couche et le substrat afin de relâcher la contrainte due au désaccord de paramètre de maille. Cette relation s'écrit $\Delta q = K\sqrt{\gamma\rho/d}$ où d est l'épaisseur de la couche, K est un facteur géométrique pouvant être calculé pour chaque type de dislocation et configuration de mesure (triple axe ou rocking-curve), et γ est un facteur de corrélation correspondant à la variation moyenne de la distance entre dislocations. Dans notre cas, deux types de dislocations peuvent être trouvés dans le réseau de dislocations d'interface : les dislocations coins, dont le vecteur de Burger forme un angle de 90° avec la ligne de dislocation, et celles dont l'angle formé est de 60°, comprenant une composante coin ainsi qu'une

[4] V.M. Kaganer et al., Phys. Status Solidi A 204 (8) (2007) 2561–2566.

composante vis. Chacun de ces types donne lieu à un jeu de facteurs K, permettant de tracer les deux figures présentées ci-dessus (Figure 7). Leur interprétation est un peu complexe et consiste à considérer dans un cas un réseau de dislocation à 90° parfait, dans lequel se trouvent placées de manière aléatoire des dislocations à 60°, tandis que l'autre cas permet de mesurer le degré de perfection du réseau à 90°, sans tenir compte des dislocations à 60°. En réalité, les mesures TEM réalisées par le LPN/C2N montrent que les deux situations coexistent : le réseau de dislocations à 90° est toujours imparfait, et coexiste avec des dislocations à 60°, les deux phénomènes étant très certainement reliés. Néanmoins, cette approche donne des résultats très intéressants, qui convergent vers une même conclusion. La première figure permet ainsi de calculer que les dislocations à 60° sont responsables de la relaxation de 2.2% de la contrainte totale, ce qui est extrêmement faible si l'on compare avec les résultats obtenus dans le cas de la croissance de GaAs sur Silicium et pour lesquels la littérature rapporte des valeurs comprises entre 9 et 26% suivant la désorientation du substrat[5]. L'analyse de la deuxième figure conduit quant à elle à ne considérer que le réseau de dislocations à 90°, et permet dans ce cas de calculer que l'espacement moyen entre dislocations ne varie que de 6%, ce qui correspond grosso-modo à une variation de l'ordre de la monocouche atomique. Deux conclusions se dégagent de ces résultats : premièrement, le fait même qu'il soit possible de caractériser le degré de perfection du réseau de dislocations d'interface met en évidence que les dislocations sont les défauts ayant le plus d'influence sur la qualité du matériau III-V épitaxié à haute température ; et deuxièmement, ce réseau est particulièrement bien organisé, ce qui permet de relaxer très efficacement la contrainte, avec une quantité relativement faible de dislocations à 60°. Un réseau parfait doit en théorie relaxer toute la contrainte, tout en restant confiné à l'interface, et les couches supérieures ne contiennent alors aucune dislocation traversante. Toute imperfection à l'inverse est susceptible d'en générer et de dégrader les propriétés des couches actives du composant III-V. La densité de dislocations que l'on retrouve typiquement dans les composants fabriqués reste élevée (10^8 – 10^9 /cm^2), mais est des ordres de grandeurs plus faibles que la densité de dislocations restant confinées à l'interface (environ 10^{13} /cm^2), en accord avec l'analyse présentée ci-dessus.

Lorsque la couche de nucléation est épitaxiée à basse température (400°C) en revanche, la situation est tout à fait différente. En couplant des données issues de mesures de figure de pôles et de cartographies AFM pour différentes épaisseurs nominales de la couche de nucléation AlSb, il apparaît que ce sont les micro-macles qui sont les défauts prépondérants. Nous avons en effet mis en évidence des relations directes entre rugosité des couches, densité de macles et FWHM des pics XRD (Figure 8). Cette relation n'a pu être retrouvée pour les séries d'échantillons dont la couche de nucléation a été épitaxiée à 450 ou 500°C, et la densité de macles est de manière générale beaucoup plus faible dans ces cas. Il faut noter qu'il n'est pas certain que le volume maclé lui-même soit à l'origine de l'élargissement des pics de GaSb mesurés par XRD. On peut en effet voir sur la photo AFM de la Figure 8 que les macles émergent sous la forme de segments dont les extrémités sont bordées par des dislocations partielles (une par plan de macle) et dont la présence peut expliquer cet élargissement. Bien que l'explication à cela ne soit pas claire pour le moment, la nucléation à basse température semble donc conduire plus facilement à la formation de ce type de défaut en grande quantité. La suppression des macles passe donc par 1) une préparation spécifique de la surface du substrat de Silicium (voir plus haut), 2) une température du substrat lors de l'épitaxie de la couche de nucléation supérieure ou égale à 450°C ou dans le cas d'une nucléation à basse température, un parfait contrôle de l'épaisseur nominale de la couche d'AlSb. Des résultats de mesures de microscopie électronique par transmission réalisées par le LPN/C2N dans le cadre de l'ANR ANTIPODE confirment ces conclusions.

[5] A. Shalimov et al., J. Appl. Phys. 101 (2007) 013517.

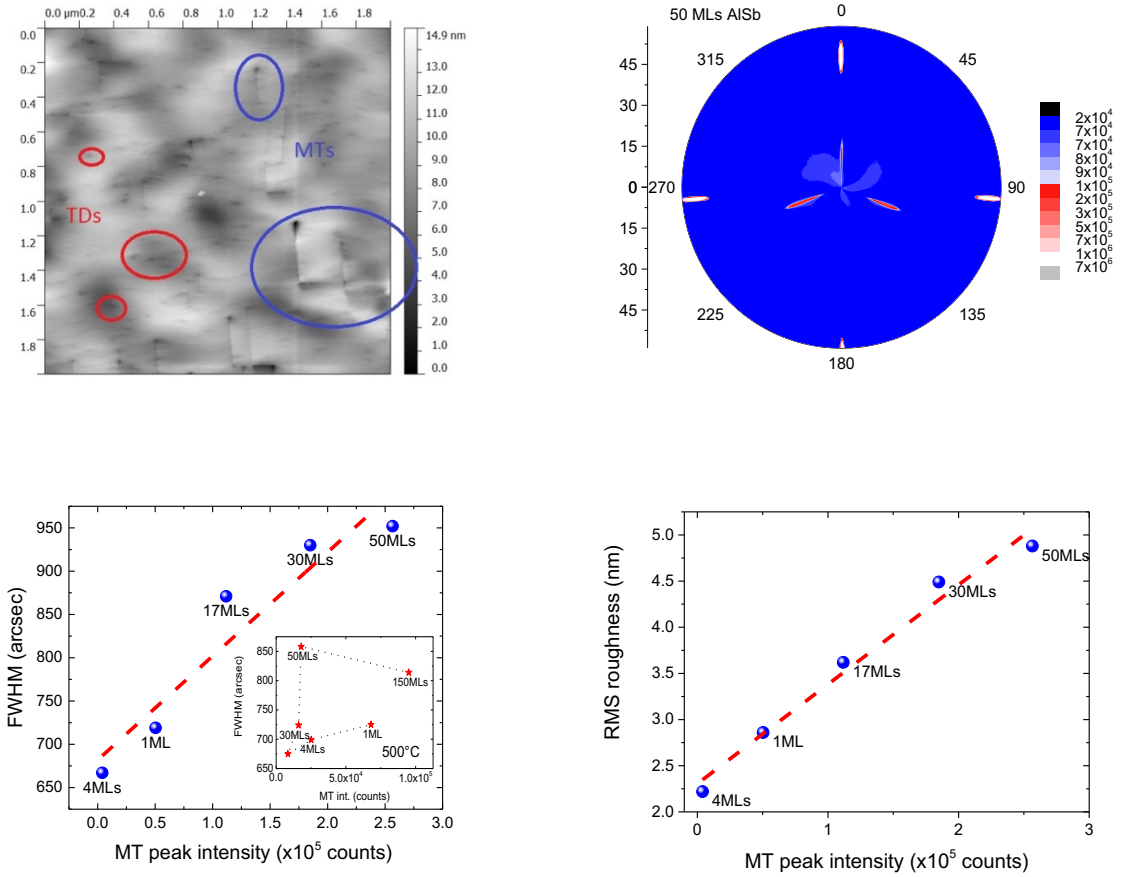

Figure 8 : Évolution de la rugosité de surface en fonction de la densité de micro-macles (à droite), démontrant un lien direct entre ces deux grandeurs pour les échantillons réalisés à basse température.

Des études systématiques de l'influence des paramètres de croissance de la couche de nucléation sur la génération des défauts dans les couches supérieures ont été menées. Nous avons trouvé un optimum d'épaisseur et de température de croissance de la couche d'AlSb (4 MLs à 450°C), et proposé que la qualité de la couche de GaSb dépendait en tout premier lieu de la densité d'îlots d'AlSb. Nous avons aussi démontré que les défauts principaux dans la couche de GaSb étaient différents à basse et à haute température de nucléation. Dans le premier cas, les micro-macles sont responsables de la dégradation de la qualité du matériau (rugosité y compris), tandis qu'à haute température, ce sont les dislocations.

D. Réduction de la densité de défauts

Certains défauts cristallins, plans (APDs) ou linéaires (dislocations), peuvent en cours de croissance changer de direction, et éventuellement interagir. Cette propriété peut être exploitée afin d'en réduire la densité. La méthode la plus directe consiste à apporter thermiquement de l'énergie aux défauts, afin de leur donner une plus grande mobilité et ainsi leur permettre par recombinaison de diminuer leur densité et donc l'énergie totale du système. Nous avons étudié cet effet sur une série de quatre échantillons comprenant une couche de GaSb de 100, 200, 500 et 1 000 nm d'épaisseur, épitaxiés dans les mêmes conditions (couche de nucléation AlSb de 5 nm) sur le même type de substrat (miscut de 6° vers [110]). Les spectres XRD ont été mesurés après croissance,

puis chaque échantillon a été recuit sous flux de Sb à 550°C pendant 30 minutes. Le procédé est reproduit plusieurs fois jusqu'à ce que la FWHM du pic de GaSb n'évolue plus que marginalement. Comme attendu, une amélioration notable de la qualité du matériau est observée après la série de recuit, et ce, quel que soit l'épaisseur initiale de GaSb (Figure 9). L'amélioration relative augmente avec l'épaisseur, passant de ~4% pour 100 nm à ~24% pour 1 µm. Le FWHM du pic de GaSb mesuré après recuit pour la couche de 1 µm donne une valeur de 235 arcsec, très proche des 200 arcsec généralement mesurés pour des couches de Ge ou GaAs sur Si de même épaisseur[6], malgré un désaccord de paramètre de maille bien plus important (~12% au lieu de ~4%) [P25.].

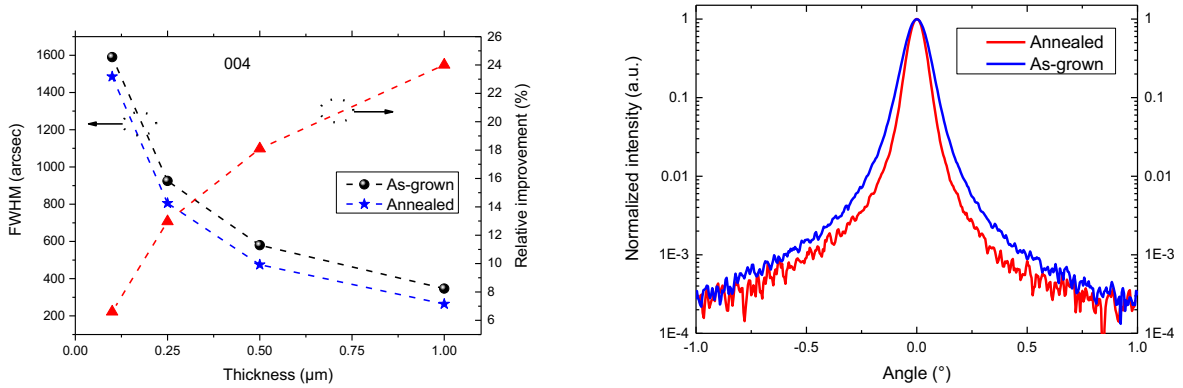

Figure 9 : (à gauche) Évolution du FWHM en fonction de l'épaisseur de la couche de GaSb, avant et après recuit, (à droite) omega-scans de la couche de GaSb de 1 µm, avant et après recuit.

Un autre aspect que nous avons abordé concerne plus particulièrement la réduction de la densité de dislocations. Cette dernière est typiquement de quelques 10^9 / cm² dans les échantillons que nous réalisons après une épaisseur de 500 nm. Un rapide calcul montre que la densité de dislocations nécessaire à la relaxation de GaSb sur Si est comprise entre ~ $8x10^{12}$ et $1.6x10^{13}$/ cm² suivant la nature des dislocations à l'interface (60 ou 90°). En comparaison, une densité de quelques 10^9 représente donc une réduction substantielle de plusieurs ordres de grandeurs, obtenue en quelques centaines de nm seulement. Cet effet bien connu provient de la rencontre et la recombinaison de dislocations possédant des vecteurs de Burgers (ou une de leurs composantes) de directions opposées. La vitesse de recombinaison chute néanmoins très rapidement lorsque la densité diminue et ce mécanisme ne peut suffire pour atteindre des valeurs compatibles avec la fabrication de lasers performants et surtout possédant une bonne durée de vie (plusieurs dizaines de milliers d'heures). La limite haute avancée dans la filière GaAs sur Si[7] pour obtenir de tels composants est en effet de l'ordre de 10^6/ cm², pour des composants dans lesquels la zone active est composée de boîtes quantiques, bien moins sensibles (collectivement du moins[8]) *a priori* à la présence de dislocations que nos puits quantiques. Il faut donc parvenir à diminuer encore drastiquement la densité de dislocations dans nos couches, en adoptant des techniques permettant d'augmenter la vitesse de recombinaison deux à deux des dislocations. Là encore, de nombreux papiers peuvent être trouvés dans la littérature sur le sujet dont il ressort que les techniques les plus efficaces sont généralement un filtrage obtenu par combinaison d'insertion de superréseaux (SR) de couches plus ou moins contraintes et de recuits. Ces deux éléments favorisent respectivement la courbure dans le plan et la mobilité des dislocations, ce qui conduit à une amélioration notable de la probabilité que deux dislocations se

[6] Y.B. Bolkhovityanov et al., Physics-Uspekhi 51 (5) (2008) 437–456.
[7] Jung et al., Appl. Phys. Lett.112, 153507 (2018)
[8] Schématiquement, une dislocation traversant une boîte quantique n'affectera les propriétés que de celle-ci, tandis qu'une dislocation traversant une couche continue telle qu'un puits quantique, aura un impact sur un volume beaucoup plus important.

rencontrent et se recombinent. Nous avons dans le cadre de l'ANR ANTIPODE mené quelques essais dans ce sens, en insérant un SR composé d'une répétition de couches de 5 nm d'AlSb et de GaSb (Figure 10). Les mesures TEM réalisées au LPN/C2N montrent que la présence de ce SR permet d'obtenir une meilleure vitesse de recombinaison comme attendu (Figure 10). Le gain en termes de densité est cependant encore modeste, et nous allons poursuivre ces travaux en étudiant différents paramètres tels que la composition des couches (pour jouer sur le signe et l'amplitude de la contrainte), le nombre de répétitions, la position du SR dans la couche tampon et l'insertion de plusieurs SR. Des cycles de recuits à plus haute température (~550°C typiquement) seront aussi étudiés et devraient également permettre une diminution significative de la densité de dislocations.

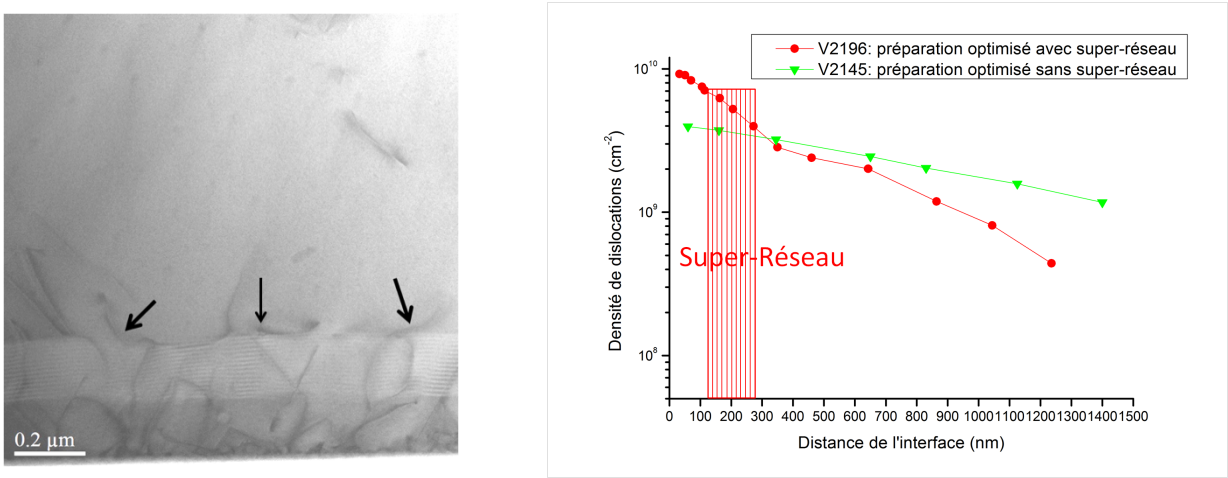

Figure 10 : (à gauche) Mesure TEM (C2N) d'une couche de GaSb épitaxiée sur Silicium comprenant un SR AlSb/GaSb, (à droite) évolution de la densité de dislocations en fonction de la position relative à l'interface GaSb/Si, avec et sans SR.

E. Vers des substrats Si (001) nominaux

Il faut ici souligner que l'ensemble des résultats présentés ci-dessus a été obtenu en utilisant des substrats de Silicium (001) présentant une désorientation de la surface (miscut) de quelques degrés - typiquement 4 à 6° - dans la direction [110] par rapport aux plans cristallins. Ce miscut permet comme on le verra plus bas de supprimer efficacement un certain type de défauts planaires : les parois d'antiphase (APBs). Ces défauts sont par nature de très bons conducteurs de charges et doivent par conséquent être éliminés pour éviter de court-circuiter électriquement les composants. L'introduction d'un miscut pour s'affranchir de ces défauts rend cependant l'échantillon incompatible avec les procédés utilisés en technologie Silicium standard. Pour la réalisation de composants discrets, ce n'est évidemment pas un problème, puisque les composants sont obtenus par des procédés issus de la technologie III-V. À plus long terme en revanche, dans l'optique d'une intégration avec de la circuiterie optique Silicium notamment, cela peut être rédhibitoire à l'essor de l'épitaxie directe. Il y a donc ici un verrou important à lever, qui consiste à trouver une technique de croissance permettant de supprimer les parois d'antiphase tout en gardant un miscut faible (typiquement inférieur ou égal à 0.5°).

La problématique est bien connue et peut-être résumée de la manière suivante : l'interface entre un matériau polaire (III-V) et un matériau non-polaire (le Si) peut comporter deux types d'arrangements dont l'empilement schématique des atomes est Si-III-V ou bien Si-V-III. L'interface entre deux zones possédant un arrangement différent résulte en un défaut plan constitué de liaisons III-III ou V-V appelé paroi d'antiphase. On trouve dans la littérature de très nombreux travaux tentant d'expliquer leur formation et les techniques permettant de

supprimer ces défauts. L'idée la plus « populaire » vient d'un article de Kroemer sur le sujet[9]; partant de la nature de l'organisation de la surface de Silicium en doubles (hauteur de a/2, identique à une marche classique d'une surface de matériau III-V) ou simples marches atomiques (a/4, soit la moitié d'une marche III-V), il explique de manière simple la formation des APBs (Figure 11). La solution a donc consisté à utiliser des surfaces plus exotiques ((211) par exemple) permettant de forcer l'arrangement des atomes III et V à la surface du Si même en présence de simples marches, ou bien à adopter des substrats désorientés de quelques degrés, permettant d'une part d'orienter la direction de formation des marches et d'autre part, de favoriser l'organisation de la surface de Si en doubles marches. En effet, la diminution de la distance séparant deux marches permet une réduction importante du coût énergétique de leur organisation.

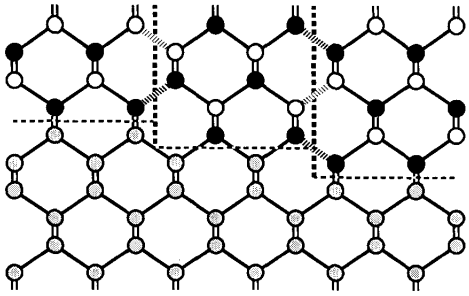

Figure 11 : Formation de parois d'antiphase sur une surface Silicium organisée en simples marches atomiques[9].

Une fois la surface de Si ainsi préparée, et en forçant l'un des deux atomes (III ou V) à couvrir cette surface, la formation d'APBs doit être impossible. De fait, de nombreux résultats démontrent que les couches réalisées sur substrats désorientés de quelques degrés (généralement de 4 à 6°) ne comportent pas d'APBs. Cette proposition de mécanisme de formation des APBs est cependant très schématique (Kroemer lui-même le reconnaît dans son article). Il s'avère que la grande majorité des travaux sur le sujet montre que ces défauts sont créés même dans le cas où une organisation quasi-parfaite de la surface de Si est obtenue, et qu'il est possible de les supprimer par annihilation deux à deux lorsque les APBs se forment ou basculent sur des plans de forts indices. La nucléation du matériau III-V sur une surface Si est en fait complexe, et fait intervenir des considérations sur les énergies de surface et d'interface, des charges créées par les liaisons III-Si et/ou V-Si, l'orientation des dipôles à la surface du Si ainsi que la densité de marches, et tous ces facteurs semblent influencer la formation et l'orientation des APBs, comme les résultats de l'ANR ANTIPODE l'ont montré [P7.][P15.]. Il n'en reste pas moins que pour que le mécanisme d'annihilation puisse intervenir de manière efficace, une organisation de la surface de Si (en simple ou double marches régulières) semble indispensable.

Dans le cas d'un substrat ne possédant pas de miscut, la distance entre marches devient très grande et des techniques spécifiques doivent être développées pour éviter la propagation des APBs dans les couches actives du composant III-V. Ce sujet a bien sûr été plus largement abordé pour la croissance par MBE de GaAs que pour celle des antimoniures. Il ressort de la littérature que l'interaction entre la surface de Si et un flux d'As à haute température est un point important permettant l'annihilation des APBs[10]. Il est cependant difficile de dire si cette interaction permet de favoriser la réorganisation de la surface du Si, ou si ce sont les liaisons As-Si ainsi créées qui sont le facteur déterminant : il est en fait tout à fait probable qu'il s'agisse d'une combinaison des deux. Dans notre cas, il serait tentant de reproduire ce procédé en utilisant un flux de Sb à haute température.

[9] H.K. Kroemer, Journal of Crystal Growth, 81 (1987) 193-204
[10] P.R. Pukite et al., Appl. Phys. Lett. 50 (24)1739, 1987

Cependant, les essais que nous avons menés montrent que l'interaction entre le Si et le Sb est moins favorable, et conduit notamment à la formation d'agrégats d'atomes de Sb à la surface du substrat. La piste que nous avons cherchée à développer au cours de la thèse de Marta Rio Calvo a donc consisté à remplacer l'AlSb que nous utilisons comme fine couche de nucléation par du GaAs. Cette approche permet d'utiliser le procédé décrit ci-dessus sans s'inquiéter d'une possible diffusion de l'As par la suite dans la couche d'AlSb. Des premiers essais sur substrats désorientés (pour s'affranchir de la présence d'APBs dans un premier temps) ont permis de vérifier que le GaAs peut être utilisé comme couche d'initiation efficace de la croissance de nos couches GaSb [P5.]. Nous avons ensuite procédé à l'optimisation des différents paramètres de croissance (ratio V/III, température du substrat, etc.) et l'évolution de la qualité du matériau durant cette phase est illustrée sur la Figure 12 qui montre l'amélioration progressive du FWHM du pic de GaSb, pour une couche de 500 nm d'épaisseur. Au final, le FWHM obtenu est proche de 500 arcsec, et même 420 arcsec après recuit de la couche ; de très bons résultats, légèrement meilleurs qu'avec une couche de nucléation AlSb.

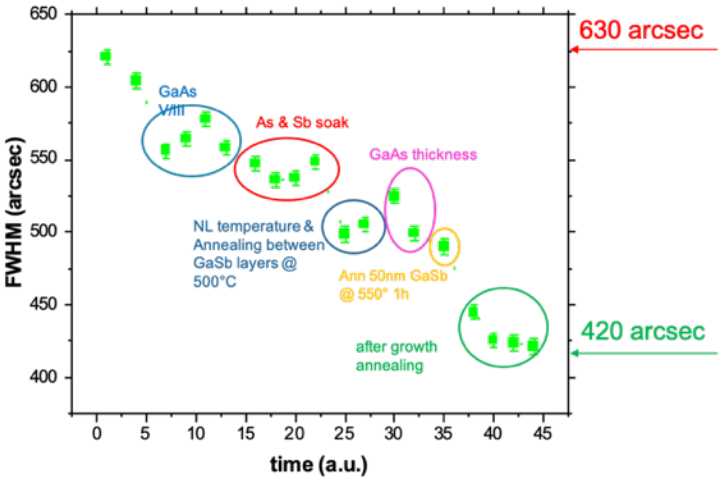

Figure 12 : Représentation schématique de l'évolution au cours du temps du FWHM des pics de GaSb obtenus par nucléation GaAs.

L'étape suivante a consisté à étudier la préparation de substrat et les conditions de croissance permettant de supprimer les APBs sur substrat (001) nominal. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur la nouvelle configuration de notre bâti RIBER COMPACT 21, développée dans le cadre de l'EQUIPEX EXTRA. Le bâti est en effet à présent complétement automatisé et connecté à une chambre de préparation dédiée, permettant de chauffer les substrats de Si à 1200°C dans un environnement ne comportant aucun élément III-V susceptibles de « polluer » la surface. L'idée est donc d'utiliser cette chambre pour d'une part désoxyder et d'autre part organiser la surface des substrats Si. Pour que la désoxydation soit efficace et laisse une surface parfaitement propre et exempte d'impuretés (de carbone en particulier), les substrats sont « epi-ready » : procédé RCA complet avec oxyde thermique d'environ 2.5 nm d'épaisseur. D'autre part, la découpe et le polissage des substrats conduisent inévitablement à une désorientation résiduelle de l'ordre d'un à quelques dixièmes de degré. Afin de s'assurer que la direction de cette désorientation correspond à une direction cristallographique principale (et ainsi que les marches formées soient aussi alignées avec une direction principale), nous avons utilisé des substrats présentant un léger miscut intentionnel dans la direction <110>. Il faut noter à ce propos que la tolérance concernant la désorientation imposée par l'industrie CMOS est de +/- 0.5°, et notre objectif est donc de parvenir à supprimer les APBs pour des désorientations de cet ordre (ou inférieur si possible) de grandeur.

Cette remarque est importante, car comme le montre la Figure 13 la distance entre marches atomiques (et donc la difficulté de réorganisation de la surface en marches régulières) augmente très fortement pour les petites désorientations. La largeur de terrasse augmente ainsi « seulement » de 2.5 à 15.5 nm lorsque le miscut passe de 6 à 1°, mais elle est de plus de 155 nm pour un miscut de 0.1° et bien évidemment infinie pour une désorientation nulle. En l'absence de préparation adaptée, on observe facilement cette dégradation spécifique aux faibles désorientations : les images AFM de couches de 500 nm de GaSb sur des substrats possédant différents miscuts présentées sur la Figure 13 montrent clairement l'absence d'APBs pour un angle de 6°, quelques APBs pour 1°, et une augmentation très nette de leur densité pour 0.5 et 0.2°.

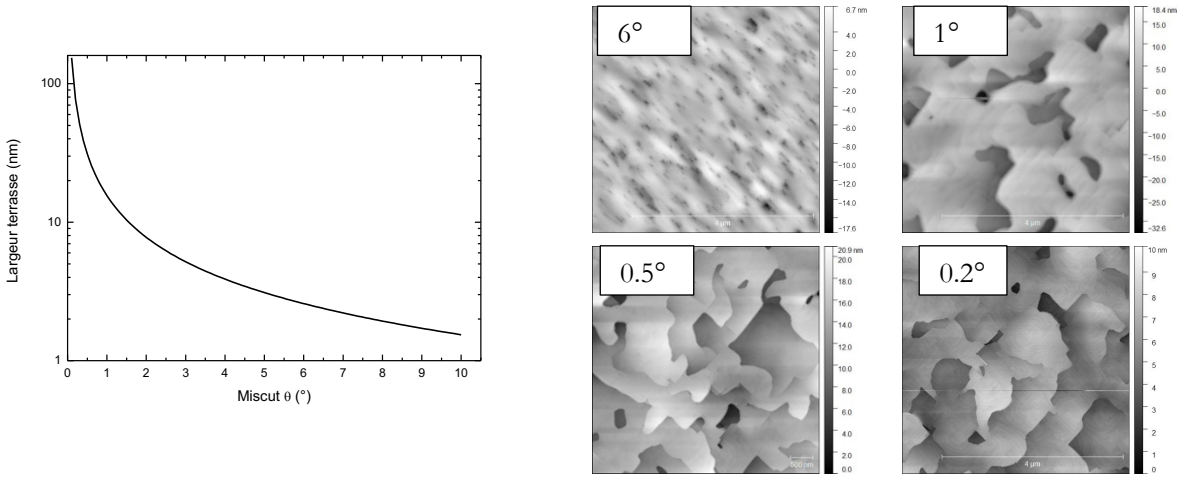

Figure 13 : (à gauche) Évolution de la largeur des terrasses en fonction de l'angle de miscut ; (à droite) images AFM montrant l'évolution de la surface pour différents miscuts. Les traits entourant des zones sombres sont les APBs.

Le procédé que nous avons étudié et développé s'inspire des résultats publiés pour la croissance de GaAs sur Si et la version optimisée comporte les étapes suivantes : tout d'abord, le substrat de Si est chauffé dans la chambre de préparation dédiée, afin d'enlever l'oxyde de surface et organiser la surface en marches atomiques. Le substrat est ensuite transféré dans la chambre de croissance principale où une couche de nucléation de GaAs est ensuite déposée, puis recouverte par une couche épaisse de GaSb.

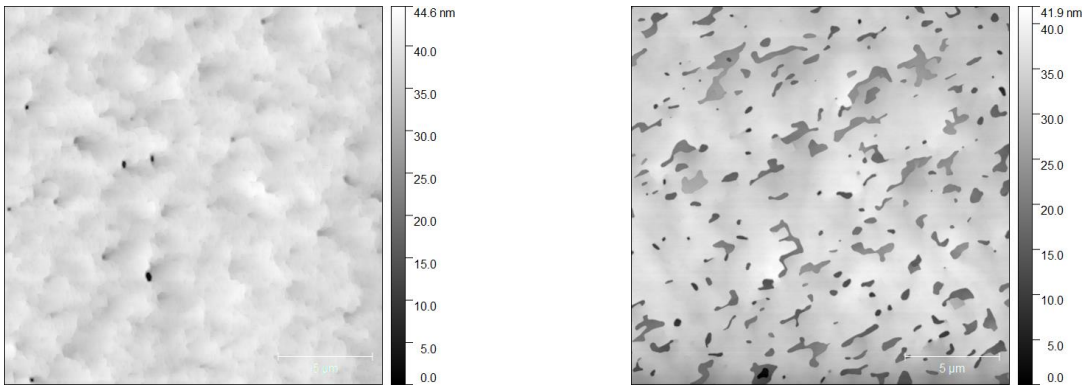

Figure 14 : Image AFM (20x20 µm²) de la surface de couches épitaxiées de 500 nm de GaSb sur substrats Si avec un miscut de 0.5° (à gauche) et 0.2° (à droite).

La Figure 14 montre les images AFM des échantillons comprenant une couche de GaSb de 500 nm seulement et obtenus en utilisant ce procédé pour des désorientations de 0.5 et 0.2°. Dans le premier cas, un

seul domaine est visible (le second domaine, identifiable aux petites tâches sombres, ne représente que 0.05% de la surface totale), la rugosité est de l'ordre de 2 nm et le FWHM du pic de GaSb est de 570 arcsec. Pour le miscut de 0.2°, on note également une très nette amélioration en comparaison avec ce qui est obtenu sans préparation particulière, cependant quelques domaines sont encore visibles et couvrent environ 7% de la surface totale. Ces domaines sont clairement en train de se refermer et une épaisseur de GaSb supplémentaire de quelques centaines de nanomètres doit permettre de les supprimer complètement. Des études sont en cours, en particulier des mesures par TEM au Paul Drude Institut de Berlin, pour clarifier le mécanisme d'annihilation afin de parvenir à une surface sans APB pour des épaisseurs plus fines. Cependant, ces résultats sont très importants car ils démontrent qu'il est possible d'épitaxier des composants sans APBs sur Si (001) quasi-nominal, avec des épaisseurs de couches tampons raisonnables (de l'ordre du micromètre).

Cette étude a donc permis de développer une nouvelle méthode de préparation de substrat mettant à profit les nouveaux équipements obtenus dans le cadre de l'EQUIPEX EXTRA, qui, couplée à une nucléation utilisant GaAs (au lieu d'AlSb) nous permet maintenant de réaliser des couches sur substrats (001) quasi-nominaux exempts de parois d'antiphase.

F. Résultats lasers

Nous avons réalisé en 2009 des premiers composants lasers antimoniures sur deux plateformes en très fort désaccord de paramètre de maille : GaAs (Δa/a ~ 8%)[P53.] et Silicium (Δa/a ~12%)[P50.], émettant aux alentours de 2.3 μm à température ambiante dans les deux cas, avec des épaisseurs de couches tampons raisonnables (de l'ordre du micromètre). De meilleures caractéristiques électro-optiques ont même permis d'obtenir l'effet laser en régime continu dans le cas de la croissance sur substrat GaAs. La Figure 15 montre les caractéristiques tension-courant, puissance-courant ainsi que les spectres d'émission de ces composants.

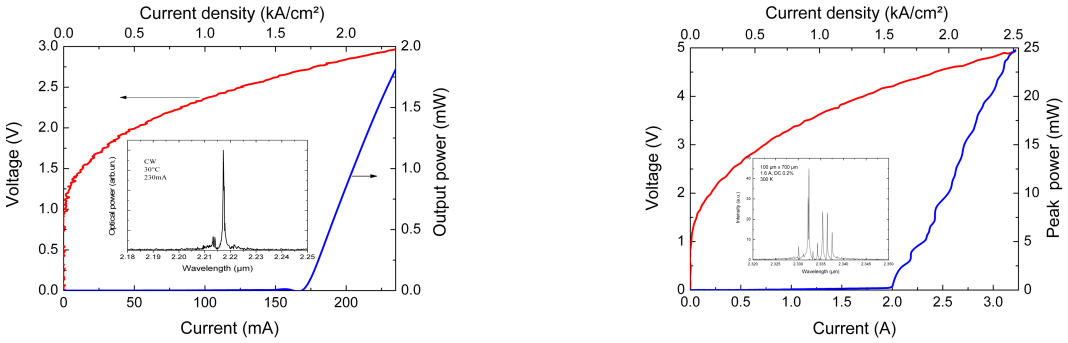

Figure 15 : Caractéristiques électro-optiques à température ambiante des composants lasers épitaxiés sur substrat de GaAs (à gauche, fonctionnement en continu, ruban 10 μm) et Silicium (à droite, fonctionnement en régime pulsé, ruban 100 μm).

Ces premiers résultats, bien qu'obtenus sur des plateformes non optimisées, ont représenté des premières mondiales à cette longueur d'onde. L'étude de ces composants avaient permis de mettre en lumière un premier problème important concernant la caractéristique courant-tension des lasers réalisés sur substrat Silicium : la tension de coude observée est anormalement élevée, presque 3 V, comparée aux valeurs obtenues

pour une même structure fabriquée sur substrat GaSb (0.7 V typiquement). Nous avons attribué ce résultat à une conduction perturbée à l'interface entre le Silicium et le matériau III-V. Pour corriger cet effet, nous avons donc cherché à réaliser un composant dans lequel la conduction des porteurs n'intervient que dans le matériau III-V, ce qui nécessite de remplacer le contact métallique inférieur sur Silicium par un contact situé sous la couche de confinement optique inférieure, au-dessus de la couche tampon de GaSb [P44.]. L'architecture du composant a donc été modifiée, notamment par l'ajout d'une couche d'arrêt de gravure fortement dopée permettant de graver précisément le composant tout en assurant un excellent contact électrique. Le procédé technologique de fabrication du ruban laser a également été complètement revu pour parvenir à une configuration « top-top » des contacts électriques (Figure 16).

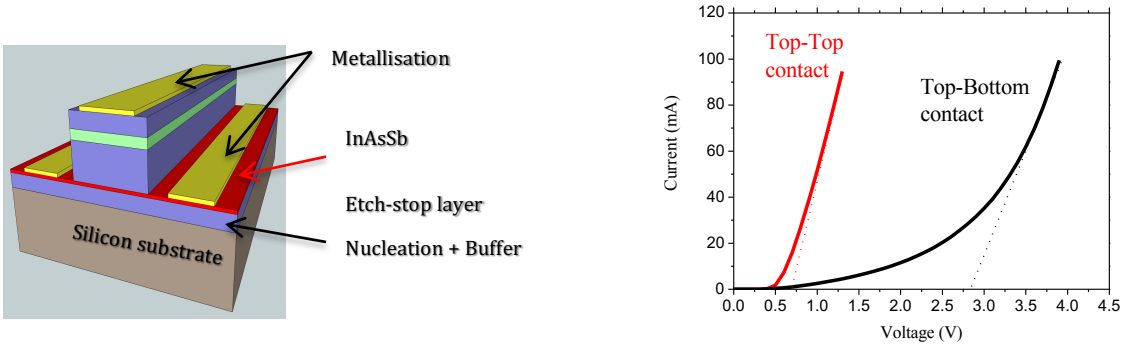

Figure 16 : Schéma représentant un ruban laser sur Silicium en configuration « top-top ». Caractéristiques courant-tension des lasers dans les deux types de configurations.

La Figure 16 montre une nette amélioration de la caractéristique courant-tension dans cette nouvelle configuration. Une tension de coude de 0.7 V similaire à celle observée sur substrat GaSb a été obtenue, témoignant d'une meilleure injection des porteurs dans le composant et permettant de diminuer considérablement la puissance électrique nécessaire. De ce fait, le comportement thermique du laser doit être également grandement amélioré, condition nécessaire à un fonctionnement en régime continu. L'utilisation de ces substrats et de la configuration « top-top » présentée plus haut a permis une nette amélioration des caractéristiques de nos lasers, et nous sommes ainsi parvenus à réaliser le premier laser à GaSb fonctionnant en régime continu à température ambiante sur substrat Silicium.

La Figure 17 montre une photo MEB d'une facette du laser, ainsi que les caractéristiques courant-tension et puissance-tension obtenues. Le laser fonctionne au-delà de 35°C, avec des puissances optiques de plusieurs milliwatts, d'ores et déjà suffisantes pour des applications d'analyse de gaz par exemple. Cependant, la densité de courant de seuil laser de ces composants était encore largement trop élevée, un peu moins d'un ordre de grandeur supérieur aux valeurs obtenues sur substrat GaSb. Ces performances relativement décevantes sont bien sûr à mettre en lien avec une densité importante de défauts traversant la structure.

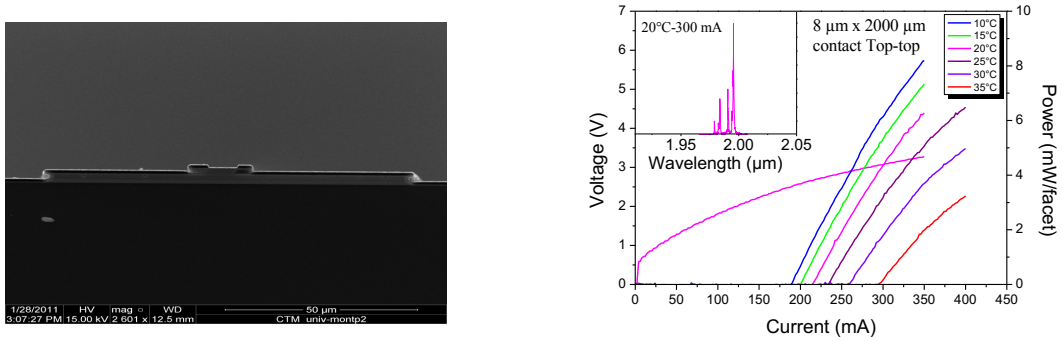

Figure 17 : Photo MEB de la tranche d'un laser sur Silicium (à gauche), et caractéristiques courant-tension et puissance –tension d'un tel laser en régime d'alimentation continu à température ambiante (à droite).

Le développement de diodes lasers sur Si s'est ensuite focalisé sur la réalisation de composants émettant à des longueurs d'onde télécom, autour de 1.5 µm, notamment dans le cadre de l'ANR OPTOSI et de la thèse CIFRE d'Andrea Castellano. Ce projet, regroupant Alcatel, FOTON, le LPCNO et le LPN/C2N visait à explorer différentes stratégies de réalisation de lasers télécoms sur substrat Silicium, à partir de matériaux issus des familles InP, GaP et GaSb. La famille de matériaux semiconducteurs des antimoniures est naturellement utilisée pour développer des composants optoélectroniques dans le moyen-infrarouge et au-delà. Les champs d'applications pour lesquels des longueurs d'ondes inférieures à 2 µm sont nécessaires sont généralement couverts avec d'excellentes performances par d'autres composés III-V. Ainsi, les composants fonctionnant dans la gamme 1.3 - 1.5 µm, utilisés pour les applications télécoms ou permettant de réaliser des interconnexions optiques sont généralement issus des composés III-V à base de phosphures ou arséniures. Il serait illusoire de chercher à concurrencer directement ces derniers à ces longueurs d'onde, car des décennies de développement ainsi que des bandgaps mieux adaptés leurs confèrent un avantage déterminant. Cependant, dans l'optique d'une intégration monolithique avec des plateformes photoniques issues de la technologie Silicium, les antimoniures ont peut-être une carte à jouer du fait d'une qualité de croissance sur Silicium bien supérieure.

Nous avons dans un premier temps développé une zone active à puits quantiques adaptée aux courtes longueurs d'ondes (~1.5 µm) [P29.]. En effet, les résultats présentés dans la littérature concernant les diodes lasers à 1.5 µm utilisent des puits quantiques GaInSb[11] dont le faible bandgap impose une épaisseur de puits trop faible pour obtenir un bon recouvrement des fonctions d'onde des électrons et des trous. Pour cela, des puits quantiques composites GaInSb/AlInSb (Figure 18) permettant de gérer indépendamment la contrainte et l'épaisseur ont d'abord été optimisés sur substrat de GaSb. Les lasers obtenus ont de très bonnes performances, (fonctionnement à température ambiante en régime continu) bien que légèrement inférieures à celles des lasers issus de la technologie InP en termes de densité de courant de seuil et de puissance[12].

[11] G. Almuneau et al., Semicond. Sci. Technol. 14, 89 (1999).
[12] A. Castellano, "GaSb for telecom applications towards integration on silicon", thèse 2016

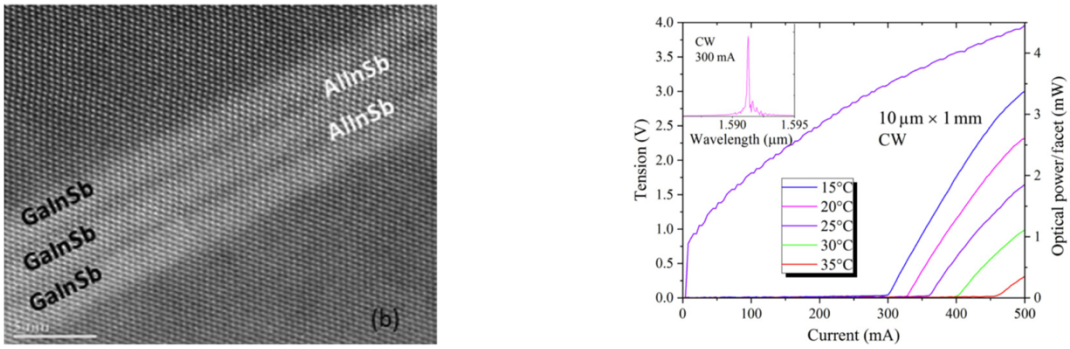

Figure 18 (à gauche) Image TEM (C2N) d'un puits composite GaInSb/AlInSb. (à droite) Caractéristiques du laser à 1.5 µm épitaxié sur Si en régime continu à l'ambiante.

Cette structure a ensuite été répliquée sur substrat Si en utilisant la préparation de surface décrite plus haut, et une couche tampon de GaSb (comprenant la couche de contact inférieure en InAsSb) d'une épaisseur totale de 2 µm. Un procédé technologique a été spécifiquement développé en collaboration avec Alcatel-III/V lab dans le cadre du projet ANR OPTOSI. Les lasers fabriqués à partir de cet échantillon ont permis d'obtenir un effet laser autour de 1.5 µm à température ambiante, avec une densité de courant de seuil de 1 kA/cm² sur des composants larges (100 µm) (Figure 18). Les rubans étroits (10 µm) fonctionnent en continu au-delà de 30°C, avec un courant de seuil de 300 mA et délivrent ~3 mW par facette à 15°C [P20.]. Ces densités de courant de seuil n'ont toujours pas été surpassées dans la littérature, malgré des travaux importants sur l'épitaxie de lasers InP sur Si.

Plus récemment (2018), nous avons réalisé un laser à cascade quantique (QCL) InAs/AlSb sur un substrat de Silicium présentant un miscut de 6° dans la direction [110] [P13.]. Une couche de nucléation d'AlSb et une couche tampon de GaSb de 1 µm d'épaisseur recouvert d'une couche de 200 nm d'InAs ont été utilisés comme plateforme. La structure QCL a été épitaxiée simultanément sur ce pseudo-substrat et sur un substrat d'InAs. La caractérisation des lasers issus de ces deux échantillons donne un résultat tout à fait surprenant puisque leurs performances sont similaires, malgré la présence d'une densité de dislocations très importante, et dont le champ de contrainte donne lieu à des ondulations des différentes couches (Figure 19). Les lasers fonctionnent en régime pulsé autour de 11 µm au-delà de 380 K, avec une densité de courant de seuil de l'ordre de 1.3 kA/cm² à température ambiante. Cette première démonstration d'un QCL directement épitaxié sur substrat de Silicium montre que ces composants sont relativement peu sensibles aux dégradations du réseau cristallin observées, et en particulier aux dislocations. Cette propriété contraste nettement avec ce qui est observé pour les lasers à puits quantiques, et s'explique par la rapidité des transitions radiatives mises en jeu dans un QCL, ainsi que par la nature unipolaire de ces composants : seuls les électrons transitent dans la structure et les recombinaisons électrons / trous facilitées par la présence de dislocations ne jouent donc qu'un rôle mineur. Les QCLs InAs/AlSb ont démontré de très bonnes performances dans la gamme de longueur d'onde comprise entre 3 et ~20 µm, et l'intégration de ces composants à de la photonique Silicium est donc très prometteur pour la réalisation de capteurs optiques tout intégrés pour l'analyse de gaz ou la détection de polluants par exemple.

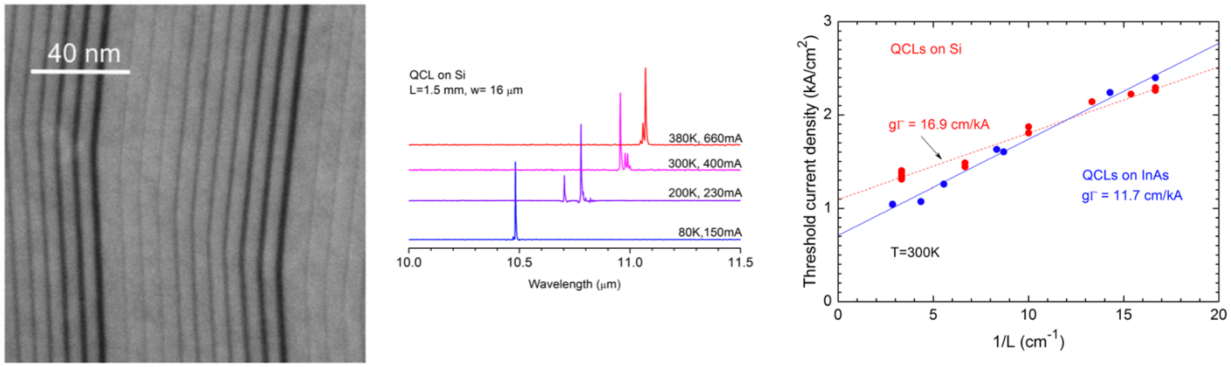

Figure 19 : (à gauche) Image TEM (C2N) montrant la structure du QCL, (au centre) spectres d'émission du QCL sur Si à différentes températures, (à droite) évolution de la densité de courant de seuil avec la température et comparaison avec le même composant réalisé sur substrat InAs.

Une étape supplémentaire a été franchie l'année dernière avec la fabrication de lasers sur substrats Si nominaux. Ces réalisations ont bénéficié des études de préparation de surface et d'initiation de la croissance présentées plus haut et ayant permis d'obtenir des couches exemptes de parois d'antiphase. Un QCL InAs/AlSb a ainsi été fabriqué sur un pseudo-substrat comprenant 1.5 µm de GaSb sur un substrat Si (001) nominal (désorientation résiduelle contrôlée de 0.5°) préalablement préparé. Ce QCL a un design spécifique pour une émission autour de 7.5 µm. Les résultats confirment la relative insensibilité aux dislocations de ce genre de composant, avec en particulier des densités de courant de seuil remarquablement proches de celles obtenues pour un QCL de référence épitaxié sur substrat natif d'InAs (Figure 20). Les très bonnes performances de ce laser corroborent l'absence de parois d'antiphase traversant la partie active du composant, ce qui valide l'approche utilisée pour supprimer ce type de défauts.

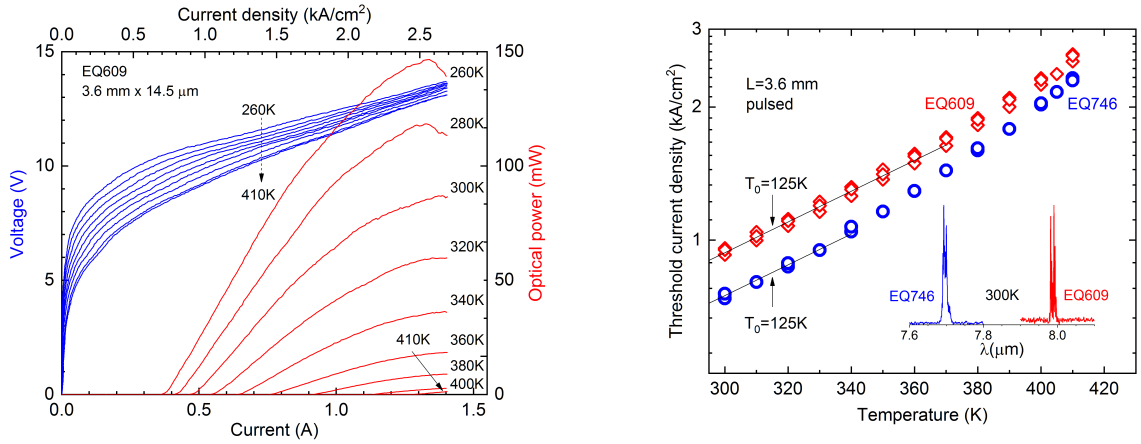

Figure 20 : (à gauche) Évolution des caractéristiques P-I-V mesurées en pulsé à différentes températures du QCL sur substrat (001) nominal, (à droite) évolution du courant de seuil (en rouge) et comparaison avec les résultats obtenus pour un même composant épitaxié sur substrat InAs (en bleu).

Un autre laser, à base de puits quantiques GaInAsSb/ AlGaAsSb et émettant à 2.3 µm a été réalisé sur ces pseudo-substrats nominaux. Une couche tampon de 2.5 µm comprenant la couche de contact inférieur a d'abord été déposée avant épitaxie de la structure laser proprement dite. La Figure 21 montre le spectre de diffraction de rayons X sur laquelle on peut voir que les différents pics correspondants aux différentes couches de la structure sont bien marqués. En particulier, l'alternance puits / barrières de la zone active est plus nette que sur

nos précédents échantillons, signe que les interfaces entre ces différentes couches sont mieux définies. Les mesures effectuées par microscopie électronique à transmission sur cet échantillon confirment cette analyse et révèlent une densité de dislocations dans la zone active inférieure à 10^8/ cm².

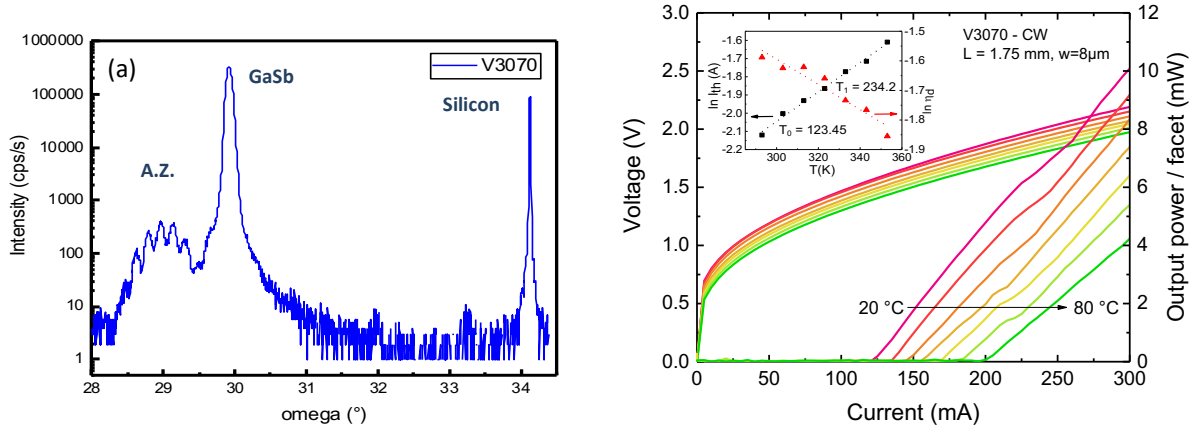

Figure 21 : (à gauche) Spectre de DRX et caractéristiques P-I-V mesurées en continu (à droite).

Les composants réalisés à partir de cette plaque confirme cette amélioration, avec des densités de courant de seuil de 400 à 500 A/cm² (mesures en régime pulsé sur mesa large et à température ambiante), c'est-à-dire une amélioration d'environ un facteur deux par rapport à nos meilleurs résultats précédents (900 A/cm²)[13]. Finalement, des composants à mesas étroits (8 µm) issus du même échantillon ont fonctionné en régime continu jusqu'à une température de 80°C (limitée par notre équipement de mesure). Ces derniers résultats sont remarquables, car outre une amélioration significative par rapport à ceux plus anciens, ils se positionnent à des valeurs comparables, en termes de densité de courant de seuil, aux lasers GaAs à boîtes quantiques épitaxiés sur Si pour émission autour de 1.3 µm[14]. Ce constat n'est pas anodin, car ces lasers sont d'une part beaucoup plus étudiés, et d'autre part, il a été démontré que les plans de boîtes quantiques étaient bien moins impactés que les puits quantiques par les dislocations traversantes. De même, concernant les QCLs, une seule autre démonstration a été publiée à ce jour et concerne des composants issus de la filière InP[15]. Ces derniers fonctionnent en régime pulsé jusqu'à une température de 170 K, relativement loin des 400 K atteints avec nos QCLs, et ils sont encore épitaxiés sur des substrats désorientés de 6°.

Les résultats lasers obtenus reflètent et valident les progrès réalisés grâce aux études menées sur la qualité du matériau, et sur l'épitaxie sur substrats nominaux en particulier. Ces résultats confirment le potentiel de l'intégration directe de III-V sur Silicium et nous offrent un positionnement très intéressant au regard de l'état de l'art.

[13] Mais néanmoins encore supérieure d'un facteur 4 à 5 aux densités typiquement mesurées pour des diodes équivalentes épitaxiées sur substrat natif de GaSb.
[14] A. Y. Liu et al., Opt. Lett. 42, 338 (2017); J. Kwoen et al., Opt. Expr. 27, 2681 (2019).
[15] R. Go et al., Opt. Expr. 26, 22389 (2018).

C- Photodétecteurs infrarouges à superréseaux InAs/GaSb

A. Motivation – Contexte

Parmi les structures quantiques, les superréseaux (SR) occupent une place particulière. Contrairement à un puits ou une boîte quantique, le SR ne permet pas la localisation spatiale des porteurs, car l'empilement périodique de couches très fines qui le compose entraîne un couplage des niveaux d'énergie d'une période du SR à l'autre : les porteurs se retrouvent ainsi délocalisés dans l'épaisseur totale du SR, et il n'existe pas non plus de confinement latéral. Pour autant, le SR n'est pas équivalent à un alliage, le couplage des niveaux conduit en effet à la formation de minibandes d'énergie et d'un pseudo-gap qui dépend autant des matériaux qui composent le SR que de l'épaisseur des différentes couches d'une période. D'autre part, la périodicité caractéristique du SR n'existant que dans une direction, les propriétés de dispersion en énergie des porteurs sont par nature très anisotropes. C'est ce qui fait tout l'intérêt du SR : la possibilité de créer un « pseudo-alliage » dont les différentes transitions électroniques et les propriétés de transport peuvent être ajustées par « design ». Il est ainsi possible d'accéder à des matériaux n'existant pas par la simple formation d'un alliage dont la composition peut être limitée par le besoin de garantir un paramètre de maille proche de celui d'un substrat disponible ou par l'existence d'une lacune de miscibilité par exemple. Dans le cas d'un alliage classique, le principal paramètre réellement choisi est son énergie de bande interdite, ce qui impose de facto les valeurs de masse effective des porteurs ou bien les autres transitions énergétiques[16]. Enfin, pour un gap donné, il est dans une certaine mesure possible, en jouant sur la composition et les épaisseurs des couches d'un SR de positionner les bandes de valence et de conduction aux énergies souhaitées relativement à une autre partie de la structure (alliage ou SR), ce qui enrichit également les possibilités en termes de choix d'hétérostructures.

Chacune de ces propriétés a joué un rôle dans le développement et le succès des SR pour la réalisation de photodétecteurs infrarouges (IR). En premier lieu, la proposition d'utiliser un SR dont la période est composée d'une couche d'InAs et d'une couche de GaSb[17] découle de la possibilité de couvrir une très large gamme de longueurs d'onde IR, en maintenant un paramètre de maille équivalent à celui du GaSb. Les bandes de conduction et de valence de l'InAs et du GaSb ont en effet un alignement très particulier (dit de type 2 « broken gap » ou type 3) puisque le maximum de bande de valence du GaSb se trouve à une énergie supérieure au minimum de la bande de conduction de l'InAs[18]. De ce fait, l'hétérostructure InAs/GaSb possède un gap négatif ou semi-métallique, avec une séparation spatiale des trous et des électrons dans les couches de GaSb et d'InAs respectivement. Dans un SR formé de ces deux matériaux, le gap formé par l'écart entre les premières minibandes de trous et d'électrons est par conséquent compris entre ce gap négatif pour les périodes les plus épaisses (cette situation correspond néanmoins plus à celle d'une structure à multi-puits quantiques découplés) et le gap correspondant à celui de l'alliage de même composition moyenne que le SR pour les périodes les plus courtes (on parle alors plutôt d'alliage digital[19]). Le choix de la composition moyenne et des épaisseurs adéquates permet en fait de réaliser une zone d'absorption de longueur d'onde de coupure comprise entre 3 et 30 µm. L'ajustement du paramètre de maille moyen du SR se fait généralement en contrôlant la composition des

[16] L'introduction d'une contrainte bi-axiale permet de modifier ces paramètres, mais n'est pas envisageable lorsqu'une couche épaisse doit être réalisée afin d'éviter tout risque de formation de défauts de la structure cristalline conduisant à une dégradation globale du matériau.
[17] Smith D.L. and Mailliot C., Journal of Applied Physics 62, p2545, 1987
[18] Sai-Halasz et al., Applied Physics Letters 30, 651, 1977
[19] Kaspi et al., Journal of Crystal Growth, Vol. 251 (1), p. 515-520, 2003.

interfaces et permet de réaliser sans problème les couches de plusieurs microns d'épaisseur nécessaires pour maximiser le rendement quantique des détecteurs.

La détection IR a de nombreuses applications, et pour chacune d'elles les spécifications que doit remplir le composant, qu'il soit un mono-élément, une barrette ou encore une matrice de photodétecteurs, peuvent varier significativement. Les grandeurs impliquées peuvent par exemple concerner l'homogénéité spatiale des performances de l'ensemble des pixels d'une matrice. Sans rentrer dans le détail de toutes les figures de mérites, il convient néanmoins d'en citer quelques-unes, qui pourront faciliter la lecture de ce qui suit. Les photodétecteurs sont des capteurs : ils transforment un signal donné (optique en l'occurrence) en un signal électrique mesurable. De ce fait, les deux premières grandeurs à considérer lors du développement d'une nouvelle filière sont la capacité du photodétecteur à convertir les photons en signal électrique, et d'autre part la quantité de bruit générée par le composant. Ce dernier peut dépendre de la fréquence (bruit dit « *en* $1/f$», d'origine souvent technologique) ou non (bruit « *blanc* »). Le bruit blanc dans les photodétecteurs peut être relié au niveau de courant ($\sqrt{2qI}$), de tension ($\sqrt{2qV}$), ou bien encore à la résistance dynamique ($\sqrt{4kT/R}$) du composant hors éclairement (à l'obscurité)[20]. Une photodiode (par exemple) performante devra par conséquent présenter un courant d'obscurité faible (si elle est polarisée) ou bien une résistance dynamique élevée (sans polarisation, fonctionnement photovoltaïque). Ce bruit est d'origine thermique, et les photodétecteurs IR sont souvent refroidis étant donné les faibles énergies de gap considérées relativement à l'énergie de « kT » à température ambiante. Outre cet aspect, la qualité du matériau et l'architecture globale (empilement de couches, dopages, etc.) du composant jouent un rôle crucial sur le niveau de courant d'obscurité et il convient de les étudier en détail. Tout aussi important est la capacité du composant à transformer des photons en signal électrique : pour les détecteurs quantiques, le mécanisme consiste à absorber lesdits photons dans un semiconducteur, de manière à générer des porteurs qui doivent ensuite être collectés. Ces deux éléments (absorption et collection) permettent de définir le rendement quantique interne du photodétecteur, qui quantifie la proportion de photons ayant pénétré le composant et ayant effectivement donné lieu à un signal électrique. La maximisation du rendement et la minimisation du courant d'obscurité sont donc les deux premiers objectifs à atteindre pour pouvoir développer de nouveaux photodétecteurs.

Cette parenthèse étant maintenant refermée, nous pouvons à présent revenir au second élément ayant initialement attiré l'attention sur le SR InAs/GaSb pour la fabrication de photodétecteurs IR, et qui concerne la possibilité théorique de contourner certaines limitations physiques rencontrées par d'autres filières utilisant des alliages comme zones d'absorption. En effet, dans ces derniers, la dispersion en énergie des différents types de porteurs permet certaines transitions de type Auger, qui peuvent limiter la durée de vie des porteurs minoritaires et ainsi augmenter significativement le courant d'obscurité – et donc *in fine* le bruit – des composants. L'idée était donc de profiter des propriétés uniques des SR afin de concevoir un matériau dans lequel la position des différentes minibandes d'énergie serait choisie de manière à supprimer tout ou partie de ces transitions, et ainsi d'obtenir un gain significatif sur le courant d'obscurité[21]. Cet argument en faveur des SR est excellent mais n'a cependant jamais pu être exploité pleinement car contrairement au MCT, la durée de vie des porteurs minoritaires dans un détecteur à base de SR n'est pas limitée par l'effet Auger, mais par des transitions beaucoup plus efficaces impliquant des centres Shockley-Read-Hall (SRH) localisés dans le gap du SR[22]. Cette découverte a alimenté pendant de nombreuses années l'idée que les SR n'étaient sans doute pas un choix pertinent pour développer les prochaines générations de caméras IR. Sans entrer dans la bataille souvent idéologique autour de cette question, et en prenant le recul permis par plusieurs années de développement de ces composants, il est

[20] Avec q la charge de l'électron, I le courant, V la tension, R la résistance et k la constante de Boltzman.
[21] Grein C. et al., Applied Physics Letters 61 (24), p. 2905, 1992
[22] Donetsky D. et al., Applied Physics Letters 97, 052108, 2010

cependant évident que la simple valeur de la durée de vie ne permet pas de statuer sur les performances de telle ou telle filière. Néanmoins, cette constatation a conduit à reconsidérer les espoirs initialement mis dans les SR : il ne s'agissait plus de trouver la perle rare permettant de dépasser les performances « brutes » (courant d'obscurité, rendement) des MCT, mais plutôt de s'en rapprocher au maximum, puis de profiter des avantages liés aux matériaux III-V (très grande uniformité, substrats de grande taille, etc.) dans l'espoir de développer une filière plus robuste et abordable.

La première étape a été franchie grâce au développement de structures dites à barrières, qui se composent – en version abrégée – d'une zone d'absorption, d'une barrière unipolaire et d'une couche de contact (Figure 22).

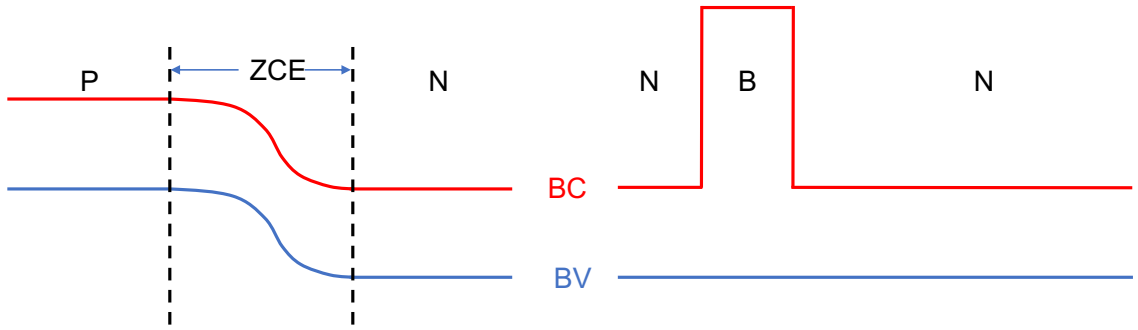

Figure 22 : Représentation schématique d'une photodiode (à gauche) et d'une structure à barrière (ici de type nBn) (à droite). Dans les deux cas, le courant de porteurs majoritaires est supprimé, cependant le champ électrique est nul dans l'ensemble de la structure à barrière, contrairement à la photodiode qui contient une zone de charge d'espace (ZCE).

La barrière ne laisse passer vers la couche de contact que les porteurs minoritaires en provenance de la couche d'absorption, on est donc ici en présence d'un composant à porteurs minoritaires, qui dispose des mêmes avantages que les photodiodes par rapport aux composants à porteurs majoritaires (photoconducteurs) en termes de niveau de courant d'obscurité. Cependant, à l'inverse d'une photodiode, dans laquelle une zone de charge d'espace est nécessaire au blocage des porteurs majoritaires, ces derniers sont ici bloqués par la présence de la barrière. On a ainsi substitué à un champ électrique un offset de bande d'énergie, ce qui est extrêmement avantageux. Le composant peut en effet fonctionner avec une zone d'absorption en bande plate, ce qui supprime de fait les courants de génération-recombinaison, les courants tunnels et facilite la passivation des flancs des mesas, autre point initialement identifié comme potentiellement bloquant pour cette technologie. Le courant d'obscurité d'une telle structure est ainsi dominé sur une très grande gamme de températures par le courant de diffusion provenant de la zone d'absorption. Ce dernier est inversement proportionnel au produit de la densité de porteurs (N) par la durée de vie des porteurs minoritaires (τ). Celle-ci est, on l'a dit, relativement faible, mais en dopant la zone d'absorption aux alentours de 10^{16} /cm^3, il est possible de relever le produit N.τ à des valeurs proches du MCT. À la fin des années 2000 et au début des années 2010, ces structures à barrières à base de SR ont connu un développement fulgurant, notamment dans le cadre de deux programmes aux États-Unis (Fast FPA et VISTA), qui a impliqué de nombreux laboratoires (CQD, JPL, NRL, etc.) et industriels (Raytheon, Lockheed Martin, FLIR, etc.). En parallèle, des fonderies (IQE, Intelliepi) et des fournisseurs de substrats (Wafertech, Intelliepi) ont également été mis à contribution pour développer la croissance de ces structures sur des substrats de GaSb de grande taille afin d'en réduire les coûts de production, en particulier pour les matrices grands formats. Des SR dits Ga-free en InAs/InAsSb ont également été étudiés et ont permis d'atteindre de

bien meilleures durées de vie (proches du MCT) malgré des rendements en retrait[23]. Tout cela a finalement débouché sur des produits commerciaux (FLIR, SCD, IRnova) et des commandes importantes (programme F-35) qui confirment que le SR est maintenant une technologie compétitive.

À l'IES, les SR ont été développés initialement (dès 2002) dans la gamme du MWIR, mais il y a aussi un intérêt important à développer cette filière dans les grandes longueurs d'onde (8 - 12 µm, et au-delà de 15 µm). Cette thématique concernant la fabrication par MBE et l'étude de composants optoélectroniques innovants à base de matériaux à antimoniure pour l'IR a naturellement trouvé sa place au sein de l'équipe Nanomir de l'IES. Je travaille sur cette thématique avec Philippe Christol (Pr), et Jean-Philippe Perez (MCF). Nous avons depuis de nombreuses années une collaboration très étroite avec l'ONERA sur ce sujet, qui nous permet d'orienter nos développements, ainsi que de profiter de leur expertise tant en ce qui concerne l'imagerie IR au sens large, qu'en ce qui concerne certaines caractérisations fines des matériaux et composants. Les travaux les plus récents sont détaillés ci-dessous, après un rapide résumé de ceux menés lors de ma thèse et de mon post-doctorat.

B. Thèse et post-doctorat

En 2002, au début de ma thèse, le SR est encore un matériau exotique en ce qui concerne l'imagerie infrarouge, bien que Smith et Mailhiot en aient identifié sa possible utilisation à ces fins dès 1987[24], et que Chow *et al* en aient réussi sa fabrication dès 1990[25]. Les difficultés sont cependant connues : la présence d'interfaces sans atomes communs tout d'abord, qui complique sérieusement la modélisation des niveaux d'énergie, ainsi que la fabrication, car il est nécessaire de gérer très précisément ces interfaces pour obtenir un matériau de bonne qualité en accord de maille avec le substrat de GaSb. D'autre part, la passivation des flancs des mesas des photodétecteurs à SR est difficile, ce qui peut conduire à des courants de surface importants. Mon travail de thèse s'est déroulé à l'IES et a donc principalement consisté à étudier la croissance par EJM des SR, c'est-à-dire trouver les bons paramètres de croissance (températures, flux etc.) et la bonne stratégie pour former des interfaces abruptes et de composition contrôlée [P72.]. De nombreuses caractérisations optiques (PL, absorption) électroniques (effet Hall) et structurales (DDX, AFM, TEM (Figure 23)) ont été menées et ont permis d'une part de déterminer les conditions de croissance optimales et d'autre part de mieux connaître les propriétés de ces matériaux [P71.]. Des SR de différentes périodes ont ainsi pu être réalisés et ont permis de compléter les données issues de la littérature concernant la correspondance entre composition et gap dans ces structures. L'ensemble de ces données a ensuite été utilisé pour mettre au point une méthode de modélisation des niveaux d'énergie. Un programme de calcul a ainsi été développé, mettant en jeu la méthode de la matrice de transfert et le formalisme de la fonction enveloppe. L'originalité de la méthode proposée provient du traitement des interfaces par l'introduction d'un potentiel de perturbation, ce qui permet de simplifier grandement le calcul, tout en donnant un paramètre ajustable permettant d'atteindre une précision de simulation tout à fait satisfaisante (Figure 23). Enfin, des premières photodiodes MWIR ont été réalisées et caractérisées. Les performances étaient très modestes, mais ont permis de mettre en lumière plusieurs points importants en termes de design de la jonction p/n ainsi que la nécessité d'étudier sérieusement les étapes de gravure et de passivation des mesas. D'autre part une réponse spectrale mesurée à température ambiante a pu être mesurée pour la première fois [P70.].

[23] Klipstein P.C., Journal of Electronic Materials, 43 (8), 2014
[24] Smith D.L. and Mailliot C., Journal of Applied Physics 62, p2545, 1987
[25] Chow D.H. et al., Applied Physics Letters 56, 1418, 1990

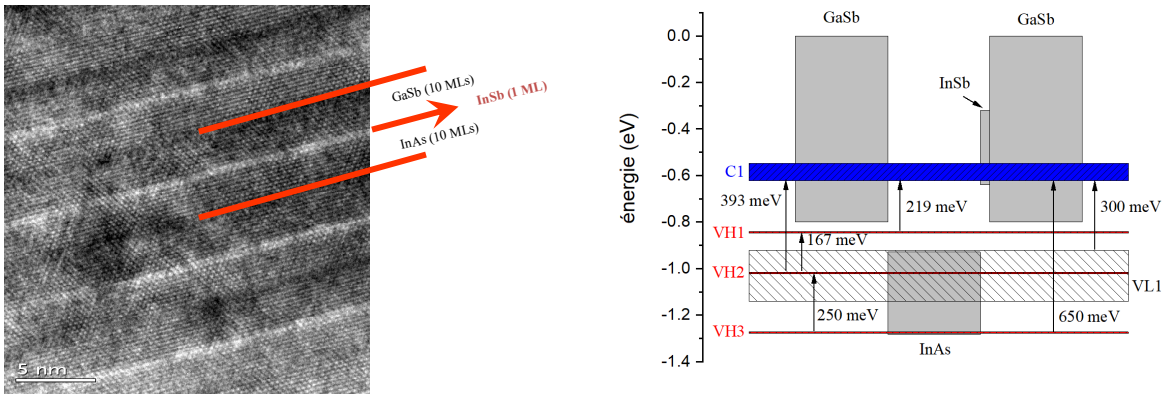

Figure 23 : (à gauche) Image TEM (PDI) d'un SR InAs / GaSb (10 MLs/10 MLs) faisant clairement apparaître l'interface InSb, (à droite) exemple de modélisation des niveaux d'énergie dans ce type de SR.

J'ai ensuite été recruté pour un post-doctorat de deux ans (2005-2007) au Center for High Technology Materials (CHTM) à Albuquerque (Université du Nouveau Mexique, USA), où j'ai encadré les thèses d'Elena Plis puis d'Arezou Khoshakhlagh. Le CHTM disposait en effet d'un process des photodiodes, mais cherchait quelqu'un pour développer la croissance de composants à SR. Nous avons rapidement obtenu un matériau de qualité, et avons commencé à réaliser des photodiodes qui ont montré de très bonnes performances. Dans le cadre d'une collaboration avec Santa Barbara Focal Plane (Lockheed Martin), nous avons ensuite implémenté avec succès un nouveau design permettant « d'inverser » la structure, pour passer à des diodes de type p sur n [P64.], dont la polarité est adaptée aux ROICs (circuits de lecture) les plus courants. Le résultat de loin le plus marquant de cette période fut cependant la réalisation de la première structure à barrière à base de SR [P67.]. Comme déjà évoqué plus haut, ce genre de design est maintenant largement répandu car il permet de supprimer certaines contributions au courant d'obscurité. À cette époque cependant, Maimon et Wicks[26] venaient tout juste de faire leur première démonstration de structure nBn à base d'InAs, et nous avons adapté l'idée aux SR, en utilisant une barrière en AlGaSb (Figure 24:).

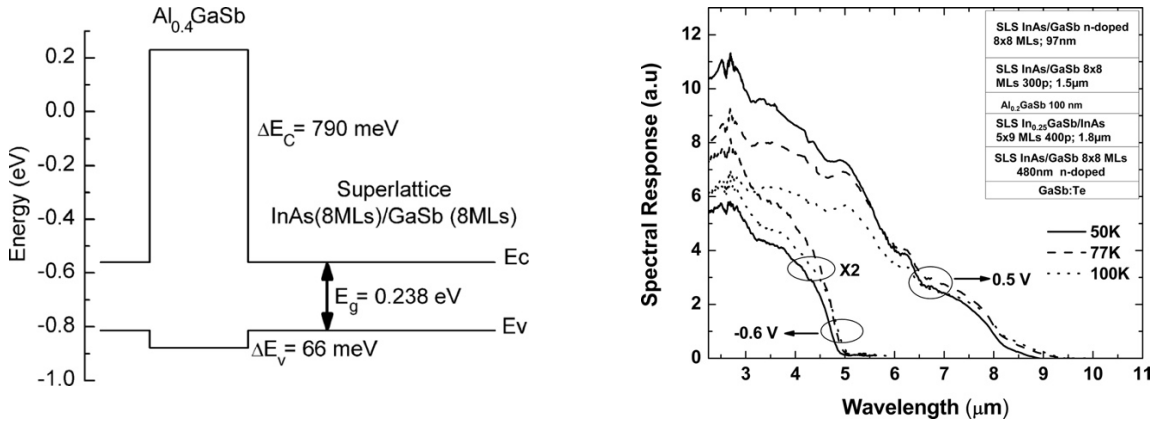

Figure 24: (à gauche) Diagramme de bande d'une structure nBn, (à droite) réponses spectrales d'un composant nBn bi-spectral.

[26] S. Maimon and G. W. Wicks, Applied Physics Letters 89, 151109, 2006

Bien que loin d'être optimisée (il est par exemple aujourd'hui parfaitement évident qu'un absorbeur SR de type n n'est absolument pas un bon choix, *cf.* Section C), la structure a fonctionné avec des performances prometteuses, notamment à hautes températures. Nous avons ensuite démontré qu'une structure nBn pouvait être utilisée pour réaliser des composants bi-spectraux (ou bicolores) en intégrant des absorbeurs de compositions différentes de chaque côté de la barrière [P65.]. Il est ainsi possible de sélectionner la gamme spectrale mesurée par un simple changement du signe de la tension de polarisation (Figure 24:). Fort de cette expérience, j'ai ensuite réintégré le groupe Nanomir de l'IES en tant qu'ATER (2007) puis comme CR CNRS (2008). Nous avons rapidement rattrapé l'état de l'art des performances des photodiodes à SR MWIR, ce qui nous a permis de démarrer différentes études, résumées dans les pages qui suivent.

C. Flexibilité du SR

Nous nous sommes notamment concentrés sur l'étude de l'influence de la composition moyenne de la période sur les propriétés du SR, au cours de la thèse de Cyril Cervera. En effet, une des propriétés uniques du SR est que pour une énergie de transition fondamentale donnée, plusieurs périodes de compositions moyennes et d'épaisseurs différentes peuvent être utilisées. Par contraste, le gap d'un matériau massif (ainsi que d'autres propriétés telles que la masse effective des porteurs) est entièrement déterminé par sa composition. La Figure 25 montre les gaps atteignables dans le MIR avec un SR InAs/GaSb en fonction de l'épaisseur de la période et du rapport entre les épaisseurs d'InAs et de GaSb. Concrètement, une longueur d'onde de coupure de 5.2 µm peut être obtenue, par exemple, avec des SR de périodes 7 MLs[27] InAs / 4 MLs GaSb, 9.5 MLs InAs / 9.5 MLs GaSb, ou bien encore 11 MLs InAs / 20 MLs GaSb.

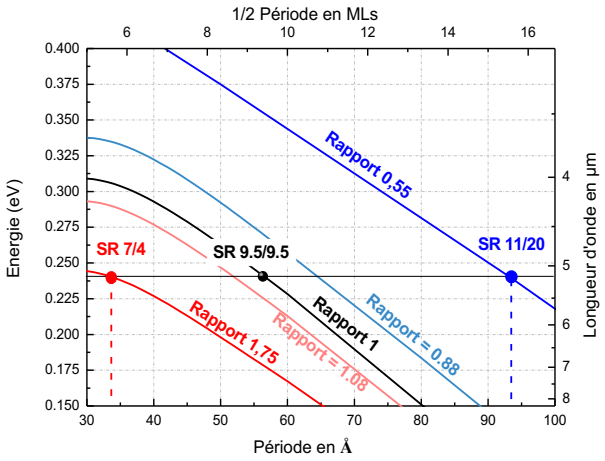

Figure 25 : Gap du SR en fonction de l'épaisseur de la période pour différents ratios d'épaisseurs d'InAs sur GaSb.

Évidemment, la composition moyenne et les épaisseurs des périodes étant différentes, on s'attend à des différences au niveau de la largeur des minibandes et donc des propriétés de transport. Les recouvrements des fonctions d'onde des électrons et des trous sont également différents en raison des variations de l'épaisseur de la période car les deux types de porteurs sont spatialement séparés (les électrons plutôt dans la couche d'InAs

[27] Monolayers – monocouches atomiques

et les trous dans la couche de GaSb). Le coefficient d'absorption, intervenant directement dans le rendement quantique du composant, doit donc également être différent. Cette propriété des SR est très peu étudiée dans la littérature, et il nous a semblé important de nous pencher sérieusement sur la question.

Nous avons dans un premier temps cherché à comprendre les points communs existants entre des SR de périodes de compositions moyennes identiques, mais d'épaisseurs différentes. Par exemple, les SR de composition X MLs InAs / X MLs GaSb possèdent des variations de gap en température identiques. La Figure 26 présente cette variation, mesurée par photoluminescence, pour trois de ces SR, qui peut être décrite par la loi de Varshni ($E_g(0)-\alpha.T^2/(\beta+T)$, avec T la température et $E_g(0)$ le gap à 0 K), dans laquelle seul le terme $E_g(0)$ change d'un échantillon à l'autre. Au niveau des composants, le courant d'obscurité est généralement mesuré afin d'évaluer le niveau de bruit de photodiodes à architectures PIN. La Figure 26 montre les courants obtenus à 77 K pour des photodiodes à SR de composition X MLs InAs / X MLs GaSb possédant une longueur d'onde de coupure entre 4 et 5 µm.

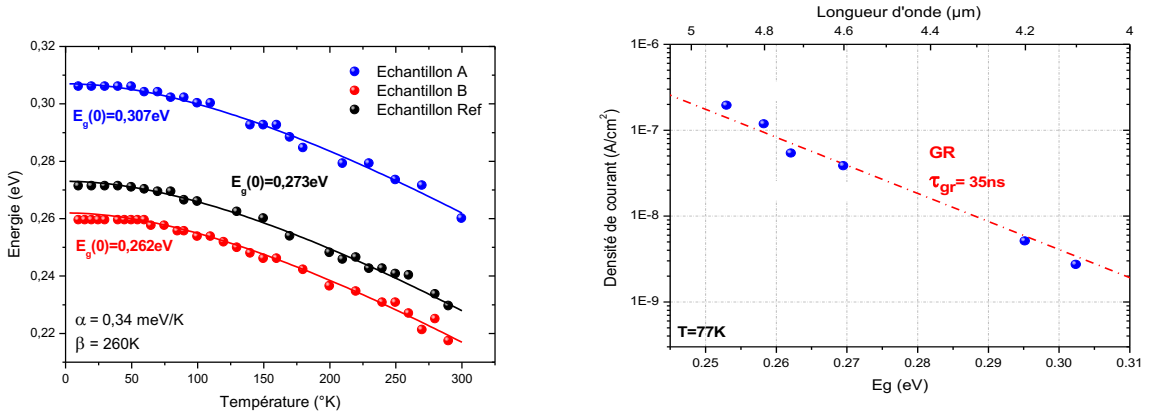

Figure 26 : Variation du gap du SR en fonction de la température, pour trois échantillons de même composition moyenne mais d'épaisseurs de période différentes (à gauche). Variation de la densité de courant d'obscurité à 77K de SR N MLs InAs / N MLs GaSb dans la gamme 4 à 5 µm (à droite).

L'analyse des caractéristiques courant-tension révèle que la génération de paires électrons-trous dans la zone déplétée est la principale source de courant d'obscurité pour tous les composants investigués. En outre, la variation de courant (Figure 26) est directement corrélée à la variation de gap, et une durée de vie des porteurs minoritaires de l'ordre de 30 ns peut être estimée pour l'ensemble des diodes mesurées. Il faut ici préciser que les résultats obtenus sont, en termes de courant d'obscurité, à l'état de l'art pour des photodiodes à SR. Les deux exemples précédents montrent que pour une composition moyenne donnée ($Ga_{0.5}In_{0.5}As_{0.5}Sb_{0.5}$ ici), dans le MIR, tous ces SR se comportent comme un même matériau, bien que l'épaisseur des périodes et le gap soient différents.

Nous avons ensuite réalisé des composants dont la zone d'absorption comprend des SR de compositions moyennes différentes, en jouant sur le ratio des épaisseurs d'InAs et de GaSb. Un ensemble de photodiodes à SR avec des ratios proches de 2 et 0.5 a ainsi été étudié. On observe cette fois des différences très significatives, au-delà de la simple variation de longueur d'onde de coupure. Ainsi, pour reprendre les grandeurs citées précédemment, les paramètres alpha et surtout béta de la loi de Varshni sont cette fois différents pour chacun des trois ratios (Table 1). Les courants d'obscurité suivent également des évolutions différentes en fonction de la longueur d'onde de coupure (Figure 27). Les composants à ratios de 2 présentent des courants d'obscurité

nettement plus faibles que ceux ayant un ratio de 1, eux-mêmes étant inférieurs aux composants à SR de ratio 0.5. Nous avons ainsi mis en évidence que la **composition moyenne** est un élément prépondérant dans la détermination des propriétés du SR, contrairement à l'épaisseur de la période qui pour une composition donnée semble influer presque uniquement sur la longueur d'onde de coupure. Le deuxième résultat important est qu'en changeant le ratio de nos zones d'absorption de 1 à 2, nous sommes parvenus à gagner une décade et demie sur le courant d'obscurité de nos composants pour une longueur d'onde de coupure proche de 5.5 µm (valeur généralement choisie pour un composant devant couvrir la gamme 3-5 µm), ce qui correspond en termes de rapport signal à bruit à une amélioration d'un facteur sept. À 77 K, le produit résistance dynamique par l'aire du composant (R_0A) est de $7x10^5$ Ω.cm², le courant d'obscurité à -50 mV est de $2x10^{-7}$ A/cm², des valeurs record pour une photodiode PIN à SR à cette longueur d'onde. À ce stade, plusieurs hypothèses ont été invoquées pour expliquer les différences de courant d'obscurité en fonction du ratio des épaisseurs d'InAs sur GaSb : les conditions de croissances sont très proches (seul le flux d'arsenic change) mais peuvent induire des différences de qualité structurale des interfaces ou de la couche d'InAs ; la configuration des minibandes (nombre, largeur, etc…) ainsi que les différences de dopage intrinsèque ou extrinsèque peuvent également jouer un rôle, etc…

Ratio	Eg(T=0K) (meV)	α (meV/K)	β (K)
GaSb	813	0.38	94
R=0.5	251	0.35	350
R=1	250	0.34	360
R=2	249	0.30	450
InAs	415	0.27	83

Table 1 : Coefficients de Varshni obtenus pour différents SR de même gap, et comparaison avec ceux de GaSb et d'InAs.

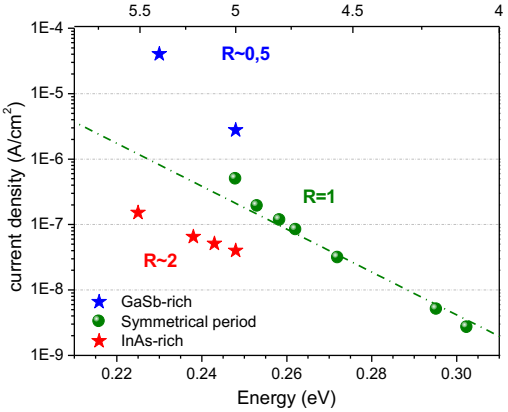

Figure 27 : Densité de courant d'obscurité à 77K pour des photodiodes à SR de différents ratios.

Nous avons donc poursuivi nos investigations en mesurant et/ou calculant ces différentes grandeurs. La Figure 28 présente les valeurs de dopage résiduel, de durée de vie des porteurs minoritaires ainsi que de la densité de porteurs intrinsèques pour les trois SR présentant une longueur d'onde de coupure autour de 5 µm décris plus haut. On peut voir que les densités de porteurs intrinsèques et extrinsèques augmentent lorsque l'épaisseur de la période (et donc la proportion de GaSb par période) augmente, tandis que la durée de vie subit une variation inverse. Le courant d'obscurité à basse température est de type génération-recombinaison et est donc proportionnel à $n_i/\tau.\sqrt{N}$ [28]. Lorsque l'on observe la variation de $n_i/\tau.\sqrt{N}$ pour les trois structures (Figure 28), celle-ci est inférieure d'une décade environ à celle des courants d'obscurité mesurés : la variation des grandeurs décrites ici ne suffit donc pas à expliquer les écarts de courants. Nous verrons plus bas qu'une autre raison propre à la physique même du SR permet de répondre à cette question (*cf.* Section E). Cependant, nous avons pu grâce à ces investigations mettre en évidence les différences entre SR possédant un gap équivalent mais des compositions moyennes différentes.

[28] Avec n_i la densité de porteurs intrinsèques, N le dopage (intentionnel ou résiduel, p ou n) et τ la durée de vie des porteurs majoritaires.

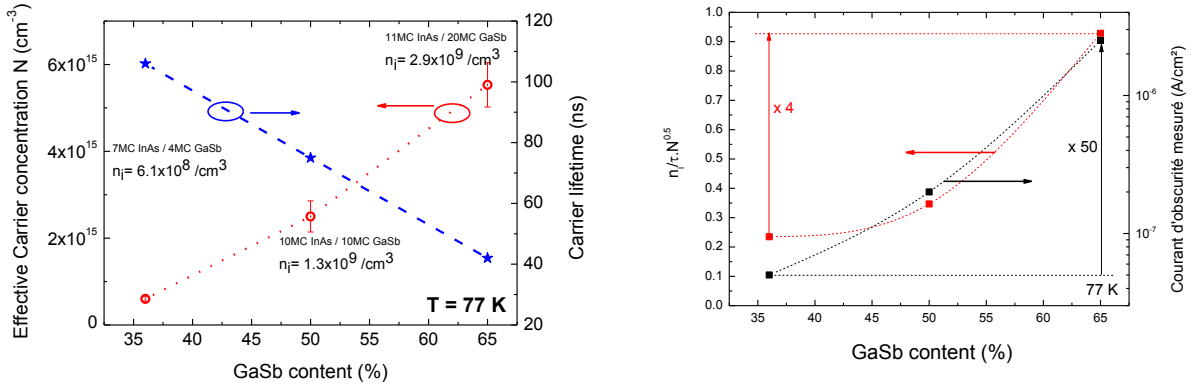

Figure 28 : Évolution du dopage résiduel (non-intentionnel, donc de type p pour les fortes concentrations en GaSb et n pour les fortes concentrations en InAs, *cf* ci-dessous) de la zone d'absorption, de la durée de vie des porteurs minoritaires ainsi que de la densité d'états intrinsèques pour différents SR (à gauche). Évolution du rapport $n_i/(\tau.N^{0.5})$ et comparaison avec les courants d'obscurité mesurés pour différents SR (à droite).

Une autre particularité des SR est que suivant la composition moyenne choisie, le type des porteurs majoritaires peut être n ou p. En effet, le GaSb épitaxié par MBE a un dopage résiduel de type p, tandis que celui de l'InAs est de type n. Le SR a donc une conduction mixte dont le type dépendra de la quantité relative de chacun des binaires. Nous avons vérifié la transition d'un type à un autre sur les SR comprenant de plus en plus de GaSb présentés plus haut, par des mesures d'effet Hall. L'effet sur le composant est particulièrement visible sur les mesures de réponse spectrale calibrées réalisées en collaboration avec l'ONERA. Le courant photonique est un courant de porteurs minoritaires, et nous avons pu observer une différence importante de longueur de diffusion des porteurs entre les échantillons à forte teneur en GaSb et ceux comprenant plus d'InAs. Cela se traduit notamment par une plus forte dépendance à la tension inverse appliquée de la réponse lorsque la zone d'absorption est de type n[29], ce qui correspond bien au fait que les trous ont une mobilité bien plus faible que les électrons (Figure 29). Nous avons ainsi mis en évidence que le SR à forte teneur en InAs avait des longueurs de diffusion des porteurs minoritaires trop faibles pour permettre la réalisation de détecteurs avec des rendements quantiques élevés. En effet, les photodiodes fonctionnent à des polarisations proches de zéro et l'augmentation de l'épaisseur ne permettra donc pas d'augmenter le rendement à des valeurs compatibles avec les applications d'imagerie. Afin de profiter des propriétés favorables de ce type de SR (ceux à forte teneur en InAs) en termes de courant d'obscurité, nous avons étudié la possibilité de doper p la zone d'absorption à base de ce SR, pour que les électrons deviennent les porteurs minoritaires. Le dopage p (Be) de la zone d'absorption doit cependant être manipulé avec

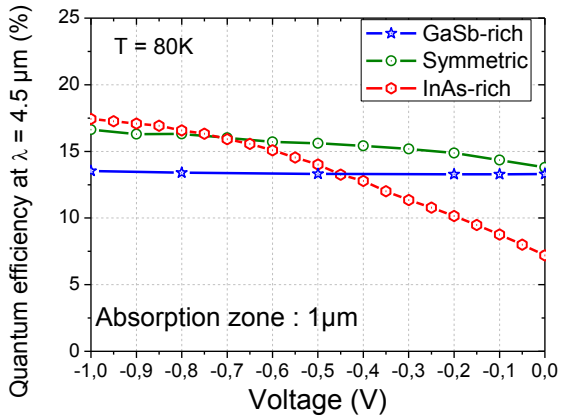

Figure 29 : Variation du rendement quantique en fonction de la polarisation inverse pour trois photodétecteurs dont le SR contient plus (bleu), autant (vert) et moins (rouge) de GaSb que d'InAs par période. Mesures réalisées par l'ONERA.

[29] La collection du photocourant se fait soit par diffusion des porteurs, soit par séparation des paires électrons-trous sous l'effet du champ électrique au niveau de la zone de charge d'espace (ZCE). Lorsque la longueur de diffusion est significativement inférieure à l'épaisseur de la zone d'absorption, une partie des photoporteurs n'est pas collectée. Dans ce cas, appliquer une polarisation inverse revient à augmenter l'épaisseur de la ZCE et donc le volume dans lequel les photoporteurs sont effectivement collectés, ce qui augmente le photocourant et le rendement quantique. À l'inverse, une grande longueur de diffusion (par rapport à l'épaisseur de la zone d'absorption) se traduit par une insensibilité du rendement à la polarisation inverse appliquée.

précaution car cette grandeur a une influence très nette sur les différentes contributions au courant d'obscurité. L'augmentation du dopage diminue la concentration des porteurs minoritaires, ce qui a un effet positif sur les courants de génération-recombinaison et de diffusion. Cependant, le champ électrique dans la jonction augmente également, ce qui tend à augmenter les contributions tunnels et un compromis doit donc être trouvé. En comparant les performances de photodiodes à SR InAs-rich possédant différents dopages p, nous avons déterminé une limite haute de l'ordre de 10^{16} /cm^3 (voir plus loin Figure 32). Pour un dopage p de ~10^{15} /cm^3, des longueurs de diffusion de l'ordre de 4 µm ont ainsi été obtenues, contre environ 200 nm seulement dans le cas d'un dopage résiduel n.

Ces études de fond nous ont permis d'explorer les propriétés uniques des SR, en termes de choix d'une période pour une longueur d'onde donnée, et de mettre en évidence certaines limites, telles que les longueurs de diffusion extrêmement faibles des porteurs minoritaires dans les SR de type n.

D. Fabrication par EJM et procédé technologique

En parallèle de ces études, nous avons également cherché à améliorer le contrôle de la croissance par MBE du SR, ainsi que le procédé technologique des photodiodes. Nous avons ainsi introduit une nouvelle méthode de calibration des conditions de croissance, nous permettant d'abaisser l'erreur sur la longueur d'onde de coupure du SR d'un ordre de grandeur environ. La Figure 30 montre les spectres de photoluminescence obtenus sur cinq échantillons de structure nominale identique. La position du pic d'émission ne varie que de 50 nm, pour des croissances réalisées à des semaines d'intervalle parfois. Concernant le process des diodes, nous avons cherché à remplacer l'isolation par résine polymérisée utilisée jusque-là, mais peu compatible avec une technologie matricielle, par du diélectrique. Un procédé de dépôt de SiO_2 basse température efficace a ainsi été développé (Figure 30).

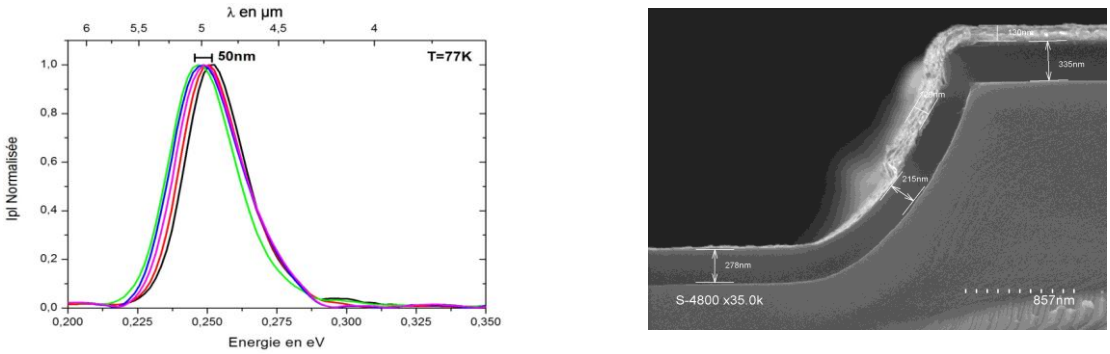

Figure 30 : Spectres de PL à 77K pour 5 échantillons de même structure nominale (à gauche). Vue en coupe d'une photodiode à SR après passivation SiO_2 (à droite).

Ces avancées réalisées dans le cadre de la thèse de Rachid Taalat, nous ont permis en 2013 de fabriquer nos premières matrices de photodétecteurs à SR lors du PEA VITRAIL, qui visait à la réalisation de composants multicolores et à une évaluation directe du potentiel de la filière SR. De tels composants avaient déjà été fabriqués en Allemagne et aux USA en particulier, mais jamais encore en France. L'apport de cette réalisation à cette thématique fut néanmoins important : cela nous a permis de confronter nos matériaux, design, process, etc. aux exigences de l'application finale, l'imagerie IR. Ce fut aussi un moyen pour la DGA de pouvoir évaluer,

par l'intermédiaire des mesures faites à l'ONERA, le réel potentiel de ce matériau pour la fabrication des prochaines générations de caméras IR. Nous avons réalisé le design, l'épitaxie et le procédé technologique de matrices au format 320x256 (TV/4), les composants ont ensuite été hybridés à des circuits de lecture au CEA-LETI. Nous avons ensuite effectué le retrait de substrat afin de permettre l'illumination par la face arrière de la matrice. Après intégration en cryostat au LETI, les caméras ont enfin pu être testées par l'ONERA. Les caractérisations fines ont montré des résultats très prometteurs, que ce soit en termes de bruit ou de réponse. Un grand nombre de pixels défectueux indique néanmoins que des améliorations doivent encore être apportées au process de ce genre de composant. La Figure 31 montre une photo MEB des pixels avant hybridation, ainsi qu'un exemple d'image obtenue avec cette caméra.

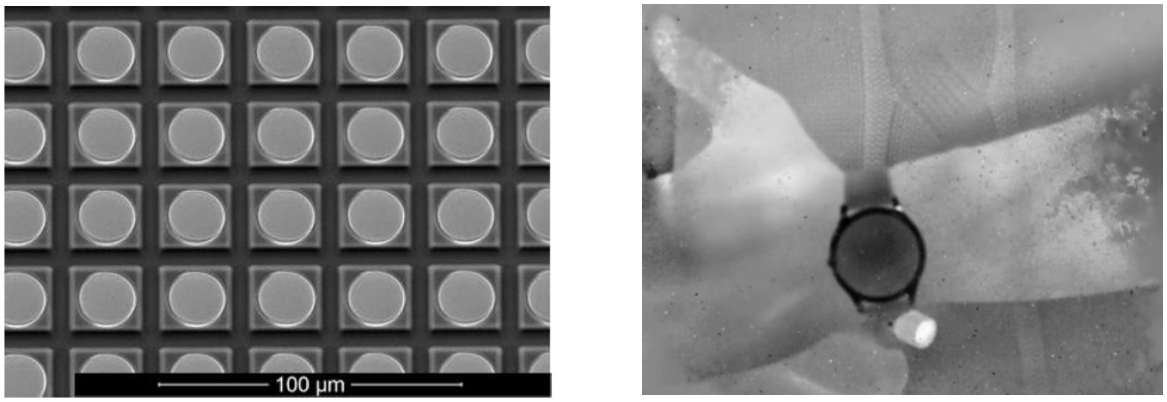

Figure 31 : Pixels de la matrice de pixels IR avant hybridation (à gauche), et image IR prise avec la caméra à SR (à droite).

Cette étape nous a permis de réaliser une première matrice de photodétecteurs, au travers d'améliorations de nos techniques de croissance et de process. Une collaboration riche autour de cet objectif nous a également permis de mieux comprendre les difficultés et les spécificités associées aux problématiques liées à l'imagerie infrarouge proprement dite.

E. Modélisation et analyse des performances des photodétecteurs MWIR

Les photodétecteurs à SR sont des objets difficiles à modéliser car pour en obtenir une description réaliste, il faut parvenir à combiner les effets quantiques propres au SR (minibandes, recouvrement des fonctions d'onde, prise en compte difficile des interfaces, etc.) avec les effets de transport dans une hétérostructure plus ou moins complexe (offsets de bande d'énergie, type et valeur du dopage, etc.). La difficulté principale est donc de décrire le transport dans les minibandes du SR (masses effectives, densités d'états, mobilité, etc.), ce qui nécessite des modèles particulièrement complexes. Une solution intermédiaire consiste à considérer le SR comme un matériau massif de gap équivalent, et dont on ajuste au mieux les paramètres inconnus. On peut alors dans ce cadre utiliser les équations analytiques classiques des différentes contributions au courant (génération-recombinaison et diffusion principalement, mais aussi tunnel bande-à-bande et tunnel assisté par piège), ainsi que les équations permettant de calculer le rendement quantique total du photodétecteur. Cette méthode est relativement fiable dans les cas simples, certaines homojonctions p-n sous faible champ électrique par exemple. Dans l'optique de réaliser des structures photodétectrices à grandes longueurs d'ondes, ces modèles s'avèrent cependant insuffisants car les structures envisagées pour atteindre de hautes performances dans ces gammes de longueurs d'ondes sont très complexes. D'autre part, nous avions mis en évidence que certaines homojonctions p-n de SR MWIR ne pouvaient être décrites par ces modèles : pour une même longueur d'onde de coupure de 5 µm, trois

structures p-i-n comportant des SR de compositions et épaisseurs de périodes différentes avaient été réalisées, et nous avions montré que seules les deux premières, comportant les SR de périodes les plus fines (comportant le plus d'InAs ou « InAs-rich ») pouvaient être modélisées efficacement par un modèle analytique. Les structures dont le SR avait la plus grande épaisseur (et le plus de GaSb ou « GaSb-rich ») montraient expérimentalement des courants d'obscurité systématiquement beaucoup plus élevés que ceux prédits par les équations analytiques (voir plus haut). Il est donc apparu évident qu'une modélisation plus aboutie de nos composants était absolument nécessaire pour évoluer vers les grandes longueurs d'onde. Au cours de la thèse de Marie Delmas, nous avons ainsi développé un outil de modélisation utilisant le logiciel SILVACO [P32.]. Celui-ci nous permet d'utiliser les équations de « drift-diffusion » complètes, par nature plus précises que les formules analytiques simplifiées.

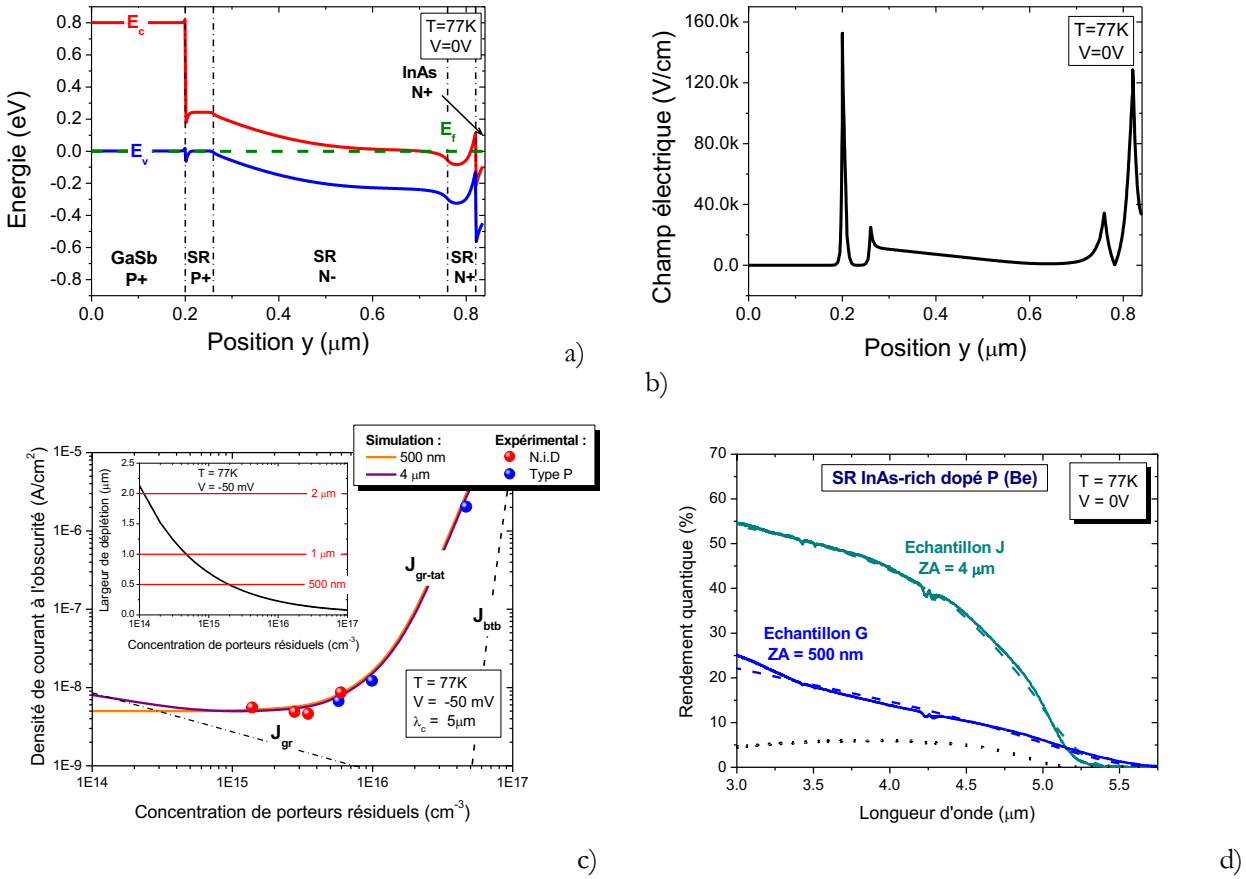

Figure 32 : Exemple de diagramme de bandes (a) et de profil du champ électrique (b) à 77K et à 0 V d'une photodiode p-i-n à SR InAs-rich. Densité de courant à l'obscurité et largeur de déplétion (insert) simulées et expérimentalement mesurées, à une température de 77K et à -50 mV, en fonction de la concentration de porteurs résiduels (c). Rendements quantiques de photodétecteurs de 500 nm et 4 µm d'épaisseur dopés P, mesurés (ligne continue et symboles) et simulés (tirets) à 0 V et à 77K (d).

D'autre part, ces équations sont résolues par la méthode des éléments finis, ce qui permet de décrire toutes les interfaces au sein d'une hétérostructure complexe. Enfin, nous avons utilisé un modèle plus évolué, prenant en compte l'interdépendance entre courant de génération-recombinaison (GR) et tunnel assisté par piège (modèle de Hurkx[30]). Nous avons ensuite validé le choix des paramètres de simulation (durée de vie des porteurs

[30] G.A.M. Hurkx et al., IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 39, 331-338 (1992).

minoritaires, niveau d'énergie des pièges, masses effectives et tunnel) par ajustement progressif aux résultats expérimentaux obtenus pour des photodiodes à faible épaisseur de période dont le comportement était déjà bien compris. La Figure 32 montre des exemples de simulations de diagramme de bandes, de profil de champ électrique, de courants d'obscurité ainsi que de rendements quantiques obtenus pour ce type de photodiode. Un très bon accord est généralement observé avec les mesures expérimentales quels que soient le dopage et l'épaisseur de la zone d'absorption en SR. Nous avons ensuite tenté d'utiliser cet outil pour analyser les performances électriques mesurées sur les photodiodes à SR dont la période est la plus large (« GaSb-rich »). La Figure 33 montre une comparaison entre modélisation et mesure expérimentale de la caractéristique courant-tension obtenues pour ce type de photodiode.

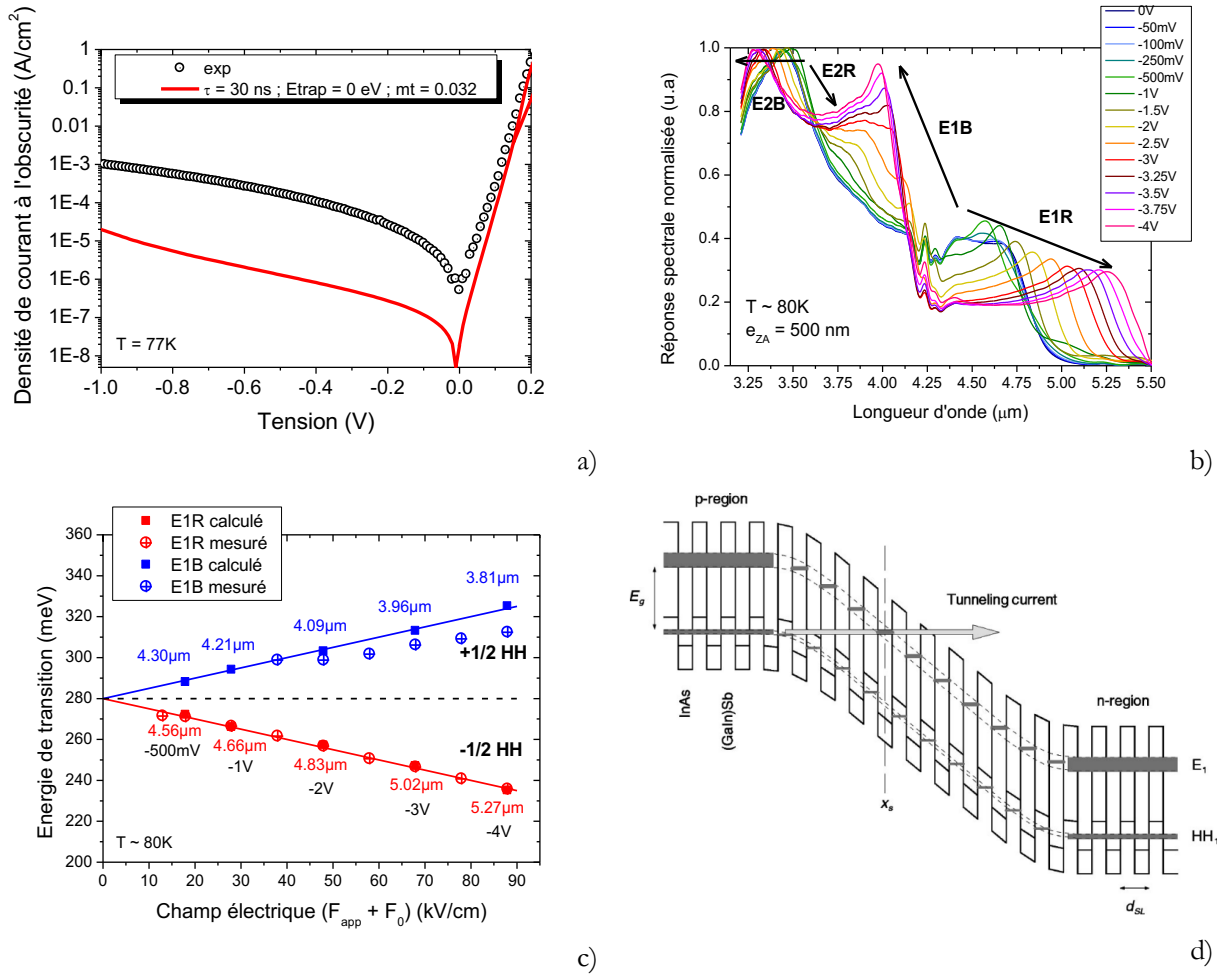

Figure 33 : a) Courbes courant-tension expérimentale et simulées pour une photodiode à SR de large période et forte teneur en GaSb. b) Évolution de la forme de la réponse spectrale en fonction de la polarisation inverse. c) Variation des énergies de transition en fonction du champ électrique due à la formation d'une échelle Wannier-Starck. d) Illustration schématique de l'établissement d'un courant tunnel dominant le courant d'obscurité lorsque la minibande d'électron se décompose en niveaux discrets sous l'effet du champ électrique.

Comme dans le cas des modèles analytiques, nous constatons un écart très important, de l'ordre de deux décades entre les deux courbes. Nous avons vérifié que cet écart ne peut s'expliquer par un mauvais choix de paramètres, en particulier, la durée de vie des porteurs minoritaires dans ce type de SR a été mesurée par une technique de photoluminescence résolue en temps par l'ONERA, et le niveau d'énergie des pièges a été fixé au milieu du gap, c'est-à-dire dans la configuration où ils sont les plus actifs. La qualité de la modélisation n'est finalement pas directement impliquée dans ce problème, que nous aurions autrement résolu en passant d'une

description analytique au nouvel outil présenté plus haut. Pour comprendre cela, nous avons analysé les réponses spectrales de nos détecteurs sous différentes polarisations inverses (Figure 33) : la forme de celles-ci évolue fortement lorsque le champ électrique (la polarisation inverse) augmente dans la structure. Ce que nous pouvons facilement observer sur la Figure 33 est que la longueur d'onde de coupure se décale vers les grandes longueurs d'ondes ("red shift") avec l'augmentation du champ électrique. Le pic à faible longueur d'onde (autour de 3.4 μm) semble lui se décaler vers les courtes longueurs d'onde ("blue shift"). Les changements de forme de réponse spectrale proviennent de deux transitions inter-minibandes, que nous noterons E1 et E2. La transition E1 correspond à la transition fondamentale entre la première minibande de trous lourds et la bande de conduction et, la transition E2 correspond à la transition entre la deuxième minibande de trous lourds (HH2) et la bande de conduction. Ces deux transitions, E1 et E2, se scindent en deux composantes "bleues" et "rouges" sous l'effet du champ électrique. Ces deux composantes sont notées (E1R ; E1B) pour E1 et (E2R ; E2B) pour E2. La modification de l'allure des réponses spectrales est clairement ici la signature d'une distorsion des niveaux d'énergie sous l'effet du champ appliqué. Celle-ci est rendue possible par le faible couplage des niveaux d'énergie dans les structures GaSb-rich, et confirme le caractère bidimensionnel de ces structures. Ce que l'on observe ici (et que nous avons vérifié théoriquement en calculant la position de chacune des transitions, voir Figure 33) est donc la décomposition de la minibande d'électrons du SR en une échelle de Wannier-Starck : les niveaux d'énergie sous champ électriques dans ce type de SR sont discrets et les énergies de transition deviennent sensibles à la valeur de ce champ [P27.]. Nous avons pu établir que c'est précisément cet effet qui est à l'origine de l'écart que nous observons entre les courbes courant-tension simulées et expérimentales pour les photodétecteurs utilisant ce type de SR. La décomposition de la minibande d'électrons dans la zone d'absorption en niveaux discrets créée des transitions de plus faibles énergies avec la minibande de trous lourds dans la zone p, favorisant leur passage par effet tunnel vers la bande de conduction (Figure 33). C'est cette composante qui domine le courant d'obscurité et qui n'est pas prise en compte par notre nouveau modèle. Dans les SR dont la période est la plus fine, nous n'observons pas ces effets, ce qui est cohérent avec le fait que les fonctions d'ondes ont un couplage beaucoup plus fort : il faudrait en effet un champ électrique d'environ $2x10^6$ V/cm pour découpler la minibande d'électrons, soit un champ trois ordres de grandeur plus important que dans le cas du SR GaSb-rich, dont la période est « seulement » trois fois plus épaisse. Une gestion fine des profils de champ électrique dans les structures à SR est donc indispensable au vu de ces résultats.

Nous avons donc mis en place un outil de modélisation fiable, validé par la confrontation avec les résultats expérimentaux obtenus sur de nombreux composants MWIR. Il nous a permis notamment de comprendre les « anomalies » constatées sur les composants à SR de large période, et est un élément indispensable pour l'exploration des grandes longueurs d'ondes.

F. Vers des structures à grandes longueurs d'onde

La mise en place d'un nouvel outil de modélisation des performances de nos photodétecteurs à SR nous a ensuite permis de développer et d'optimiser par la simulation des structures adaptées aux grandes longueurs d'ondes [P19.]. Ces structures, dites « à barrière », se caractérisent par une zone d'absorption en bande plate (hors champ électrique) entourée de barrières permettant de bloquer le passage des porteurs majoritaires (Figure 34). On se retrouve ainsi en présence d'un photodétecteur à porteurs minoritaires (comme une jonction p-n ou p-i-n), mais le blocage des porteurs majoritaires s'effectue ici sans que la présence d'un champ électrique soit nécessaire (contrairement à une jonction p-n). De ce fait, la composante de courant d'obscurité provenant des

générations-recombinaisons thermiques disparait, de même que les contributions tunnels. La seule contribution au courant d'obscurité dans ces composants est donc la diffusion de porteurs, que l'on ne peut réduire autrement que par l'amélioration de la durée de vie des porteurs minoritaires ou l'augmentation du dopage. La complexité de ces structures provient d'une part de la nécessité de s'assurer qu'aucun champ électrique ne soit présent dans la zone à faible gap, ce qui requiert un ajustement précis des dopages et des alliages utilisés pour les barrières. D'autre part, les barrières entourant la zone d'absorption sont aussi particulières : bien que devant bloquer les porteurs majoritaires (afin de diminuer le courant d'obscurité et donc le bruit du composant), elles doivent permettre le passage sans encombre des porteurs minoritaires (et en particulier des porteurs photo-générés, c'est-à-dire du signal électrique correspondant à la photodétection). Une barrière mal ajustée peut donc très facilement, soit générer un excès de bruit dans le composant, soit annuler la réponse de celui-ci. Procéder par essais-erreurs dans une telle situation serait particulièrement chronophage, et l'on comprend l'importance de disposer d'un outil de modélisation fiable au moment de développer ce genre d'hétérostructures.

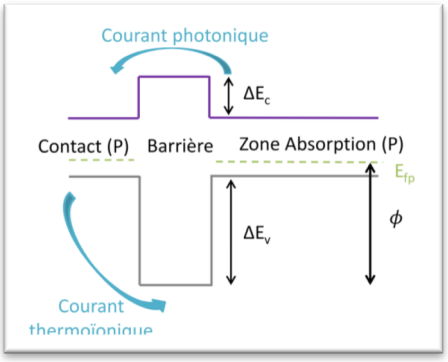

Figure 34 : Diagramme de bandes schématique d'une structure à barrière à une tension de 0 V et représentation du courant photonique et du courant thermoïonique dans la structure.

La Figure 35 montre le résultat de nos investigations : nous avons choisi une zone d'absorption en SR InAs/GaSb (14/5 MLs), entourée de GaSb (barrière pour les électrons) et d'une couche en SR InAs/GaSb/AlSb/GaSb (8/1/5/1 MLs) pour le blocage des trous majoritaires. La zone d'absorption est choisie de type p : les électrons sont donc les porteurs minoritaires, ce qui est favorable pour la collection du signal, les électrons ayant une plus grande longueur de diffusion que les trous. Enfin, une couche contact en SR de même composition que l'absorbeur, surmontée d'une fine couche d'InAs de type n ont été ajoutées pour améliorer la prise de contact métallique. Le photodétecteur ainsi obtenu doit avoir une longueur d'onde de coupure de 12 µm, mais le design peut maintenant facilement être ajusté pour adresser les longueurs d'onde au-delà si besoin. Le courant d'obscurité que l'on peut attendre de ce photodétecteur a été simulé et est présenté Figure 35 ainsi qu'une comparaison avec celui que l'on obtiendrait avec une structure p-i-n de longueur d'onde de coupure équivalente. Le gain en performance est évident (un courant d'obscurité plus faible correspond directement à une diminution du bruit), et l'on peut distinctement voir la réduction significative des contributions de GR et de courants tunnels attendue pour ce genre de structure. En particulier, pour une tension de polarisation classiquement imposée par les circuits de lecture utilisés en imagerie (-50 mV), on constate une amélioration de plus d'une décade du courant d'obscurité. De telles performances nous placeraient à l'état de l'art mondial (des structures à barrières ont déjà été réalisées par des laboratoires américains dans le LWIR, mais celles-ci sont pour l'heure limitées à des longueurs d'onde de coupure inférieure à 11 µm), et en position de concurrencer sérieusement la filière MCT, dominant actuellement l'imagerie IR.

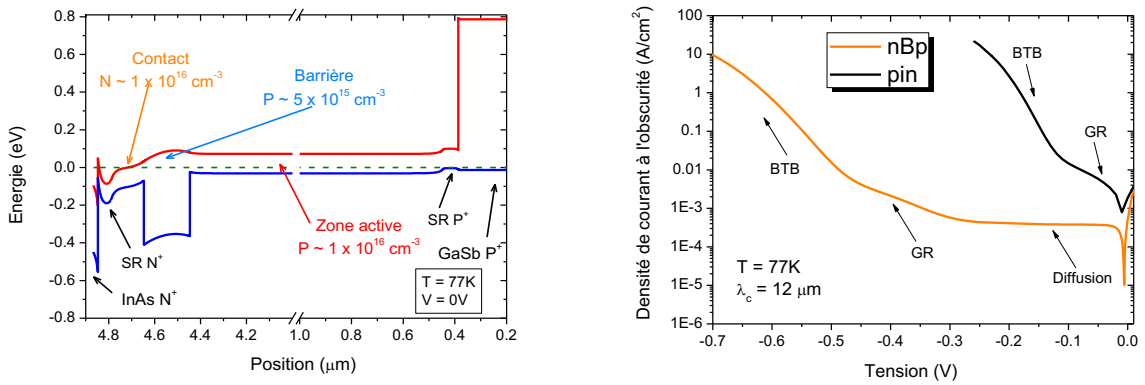

Figure 35 : Diagramme de bandes de valence et de conduction de la structure photodétectrice LWIR optimisée (à gauche). Courbes courant-tension simulées permettant de comparer les performances en termes de courant d'obscurité d'une jonction pin standard et d'une structure à barrière (à droite).

G. Matrices grandes longueurs d'onde pour les applications spatiales

Les développements précédents nous ont permis de participer à un projet ESA, en collaboration avec IRnova et AIRBUS. L'objectif de ce projet est de réaliser des matrices de photodétecteurs à SR pour les grandes et très grandes longueurs d'onde (>12 µm) pour les applications spatiales (météorologie, exoplanètes, etc.). Le design initialement proposé par IRnova s'approche très fortement de celui présenté ci-dessus. Notre rôle a été d'étudier la croissance de ces structures particulièrement complexes, d'en étudier les propriétés pour enfin pouvoir en proposer des améliorations.

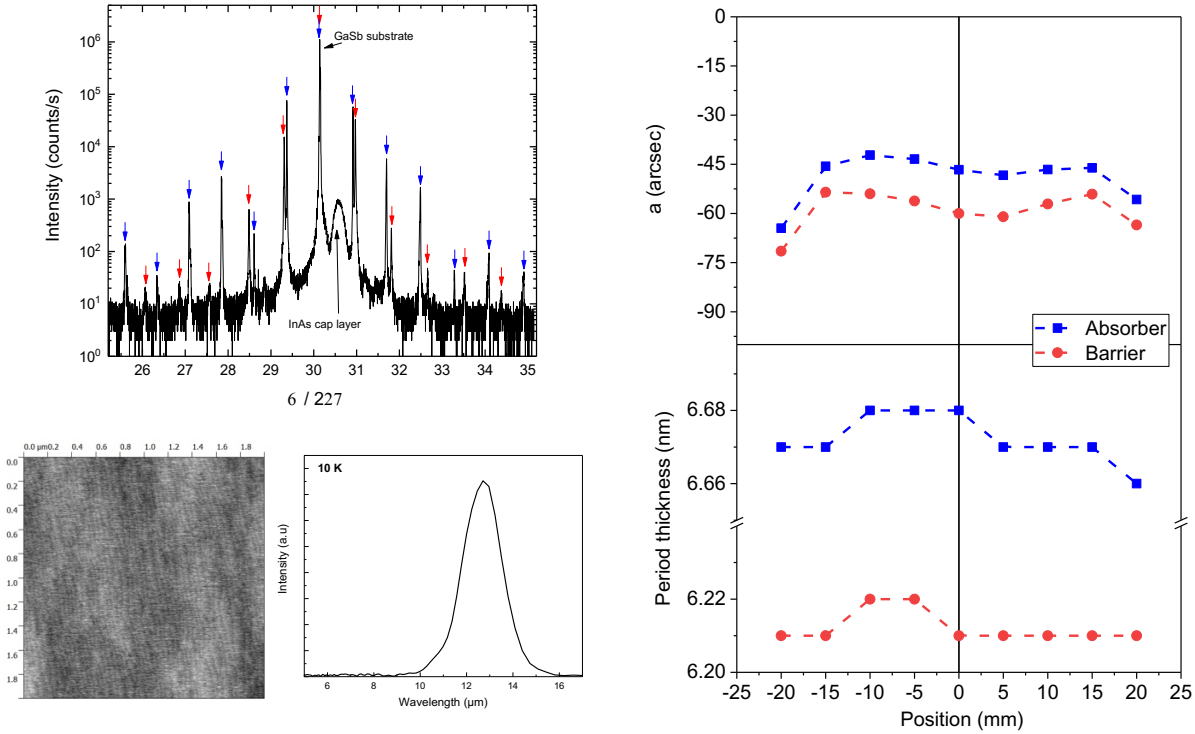

Figure 36 : Exemple de caractérisations effectuées et résultats obtenus sur des échantillons SR à barrière pour le LWIR. DRX (en haut à gauche), AFM et PL (en bas à gauche), homogénéité en termes de désaccord de paramètre de maille et d'épaisseur des périodes sur un substrat 2 pouces (à droite).

Les difficultés en termes de croissance, sujet sur lequel j'ai été le plus impliqué, concernent l'homogénéité, et le contrôle extrêmement précis de nombreux paramètres tout au long d'une croissance durant de l'ordre de quinze à vingt heures. La structure comporte en effet trois superréseaux différents ainsi que différentes couches d'alliages constituant les contacts en particulier. Toutes ces couches doivent être ajustées parfaitement en paramètre de maille avec le substrat de GaSb, en raison des épaisseurs impliquées. D'autre part, les compositions et dopages doivent également être précisément contrôlés et conformes au design initial car la moindre déviation induit des changements très rapides de la longueur d'onde de coupure ou de régime de fonctionnement. Mon travail a donc consisté à trouver les techniques et conditions de croissance permettant d'atteindre les structures visées. Un important travail concernant les séquences de caches ainsi que la stabilité des différents paramètres a ainsi été mené. Cette étape, bien que fastidieuse, a permis de réaliser des structures complètes présentant d'excellentes caractéristiques résumées sur la Figure 36. Les spectres de diffraction de rayons X ainsi que la morphologie de surface attestent de la bonne qualité structurale et du respect des épaisseurs nominales pour les différents superréseaux. La finesse des pics de diffraction témoigne aussi de la stabilité des paramètres tout au long de la croissance. Des spectres de photoluminescence bien définis ont été obtenus et permettent de vérifier la longueur d'onde coupure des composants à réaliser. Enfin, nous avons pu contrôler que l'homogénéité sur un substrat de deux pouces est très bonne, ce qui est un point essentiel pour la réalisation de composants matriciels.

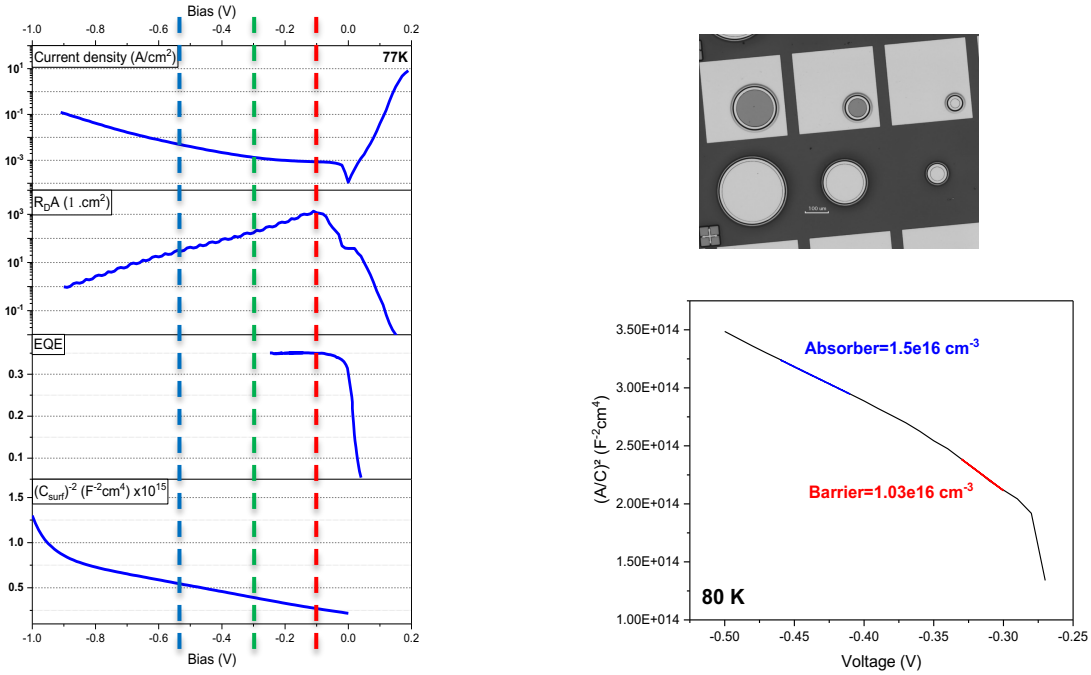

Figure 37 : Caractéristiques I(V), C(V) et rendements des composants LWIR ayant une longueur d'onde de coupure de 11.5 µm à 80 K (à gauche), image d'un échantillon après fabrication et exemple d'extraction des dopages de différentes couches de la structure grâce à une mesure capacitive (à droite).

Ces avancées en termes de croissance ont ainsi été exploitées pour la fabrication de composants afin de caractériser les propriétés optoélectroniques de ces structures. Différentes méthodes de caractérisation ont été mises en œuvre [P2.] et sont représentées sur la Figure 37 pour un composant possédant une longueur d'onde de coupure de 11.5 µm à 80 K. En recoupant les données d'évolution du courant, de capacité, du rendement avec la tension, de nombreuses informations peuvent être déduites, comme le dopage des différentes couches,

mais aussi l'alignement de bande entre l'absorbeur et la barrière. Un retour très précis peut ainsi être établi sur la croissance et sur le design de la structure, ce qui nous a permis d'affiner petit à petit ces éléments, ainsi que les entrées des modèles que nous utilisons pour simuler les diagrammes de bande ou bien les niveaux de courant. Un procédé technologique compatible avec la fabrication de matrices a en parallèle été développé par IRnova [AC4.]. De nombreux échantillons ont été processés et caractérisés et ont confirmé que nous avions atteint l'état de l'art. Un dernier lot d'échantillons a donc été épitaxié pour la réalisation de matrices dans le LWIR et le VLWIR à IRnova (en cours au moment de la rédaction de ce rapport), qui seront ensuite caractérisées par AIRBUS, pour évaluation finale à l'ESA.

La mise en place de nouvelles méthodes de modélisation, de croissance et de caractérisations nous a ainsi permis dans le cadre d'un programme ESA d'explorer les photodétecteurs à SR de grandes et très grandes longueurs d'ondes, qui déboucheront prochainement sur la réalisation de matrices.

D- Une ouverture thématique : les alliages à base de Bismuth

A. Étude des alliages Ga(In)SbBi

Les antimoniures comprennent les binaires GaSb, InAs et AlSb ainsi que leurs alliages (AlGaAsSb, InGaAsSb, etc.) qui permettent de réaliser des composants optoélectroniques performants dans l'infrarouge. La variété impressionnante de bandgaps et raccordements de bandes (entre autres propriétés) existant dans cette famille de matériaux ouvre de nombreuses possibilités de design d'hétérostructures. Il est cependant tentant de diversifier encore ce potentiel par l'introduction d'un nouvel atome. J'ai donc démarré en 2016 une activité autour de l'utilisation de l'atome de bismuth dans les antimoniures, projet pour lequel j'ai obtenu un financement ANR JCJC (BIOMAN) et encadré la thèse de Olivier Delorme.

La croissance de matériaux III-V contenant du Bi est particulièrement compliquée en raison de la différence existant entre l'atome de Bi et les autres éléments V en termes de taille ou d'électronégativité. Pour cette raison, ces alliages sont souvent catégorisés comme étant des « highly mismatched alloys ». En pratique, cela se traduit par une incorporation du Bi difficile et nécessitant des conditions de croissance exotiques, qui ont été bien étudiées dans le cas de GaAsBi[31], mais très peu pour les antimoniures. Au début de ce projet, une dizaine d'articles pouvait être trouvée à ce sujet, et le tout premier datait de 2012 seulement. Nous avons entrepris d'explorer l'évolution de l'incorporation de Bi dans GaSb avec les conditions de croissance [P18.].

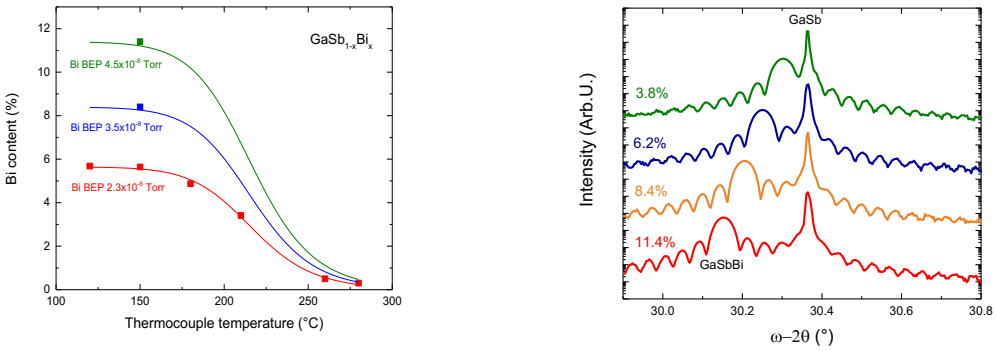

Figure 38 : Évolution de la composition en Bi avec la température du substrat pour différents flux de Bi (à gauche). Spectres DRX mesurés sur des couches de 120 nm d'épaisseur et des compositions en Bi de ~4 à 12% (à droite).

Des résultats très prometteurs ont rapidement été obtenus en utilisant des températures de substrat relativement faibles ainsi qu'un ratio de flux incidents V/III proche de la stoechiométrie (Figure 38). En ajustant précisément ces paramètres, nous sommes parvenus à incorporer jusqu'à 14% de Bi dans des couches de 120 nm d'épaisseur, ce qui constitue encore aujourd'hui un record. Néanmoins, il apparait qu'au-delà de 12% environ, une nette dégradation du matériau intervient, que nous avons pu relier grâce à des mesures faites par RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy) à une augmentation très nette de la quantité d'atomes de Bi en positions interstitielles, ainsi qu'à la formation de gouttes bi-phasiques Ga/Bi en surface. Des jeux d'échantillons de différentes compositions ont été étudiés en photoluminescence et ont permis de confirmer la forte décroissance du bandgap induite par l'incorporation de Bi (~28 meV/%Bi). Les mesures couplées de RBS et DRX réalisées sur ces échantillons ont aussi permis d'extraire le paramètre de maille de GaBi (6.272 Angstrom),

[31] R.B. Lewis et al., Appl. Phys. Lett., vol. 100 (5), pp. 082112, 2012

ce qui est intéressant car ce binaire ne peut être synthétisé sous forme Zinc-Blende, et cette valeur ne peut donc être mesurée directement. Ces échantillons ont été recuits à 450°C et se sont montrés stables en termes de composition, tandis qu'une amélioration des propriétés optiques a été observée pour des durées inférieures à trois heures. L'étape suivante a consisté à étudier la réalisation d'hétérostructures plus complexes, et en particulier la croissance de puits quantiques GaSbBi/GaSb. Le challenge ici est de trouver les bons paramètres permettant d'obtenir une bonne qualité de matériau pour les deux alliages, car les conditions de croissance sont initialement très différentes. Plusieurs méthodes ont été testées, un compromis trouvé et des séries d'échantillons comprenant des puits quantiques de différentes compositions et épaisseurs finalement réalisées. Nous avons ainsi démontré une émission allant jusqu'à 3.5 µm à température ambiante, confirmant le potentiel de ce type d'alliage pour les composants optoélectroniques dans l'infrarouge. Il faut souligner que ces résultats nous ont permis d'initier deux collaborations très importantes autour de ce sujet : la première avec l'Université de Wroclaw, qui a étudié par différentes techniques optiques les propriétés de nos échantillons et a pu par exemple confirmer l'alignement de type I de l'hétérostructure GaSb/GaSbBi, ou encore mesurer les masses effectives des électrons dans GaSbBi [P1.][P3.] ; la deuxième, avec le Paul Drude Institut de Berlin, pour laquelle nous avons décroché un financement Procope-PHC (2018-2019), et qui a donné lieu à une étude approfondie par microscopie électronique à transmission (TEM) de nos échantillons [P8.][P14.]. Ces mesures ont permis de confirmer la très bonne qualité structurale des alliages réalisés : absence de défauts étendus, de dislocations ou de clustering, et la plupart des échantillons à puits quantiques présentait également des interfaces relativement nettes. Nous avons donc entrepris de réaliser un laser à base de puits quantiques GaSbBi/GaSb, comprenant des claddings en AlGaAsSb (Figure 39).

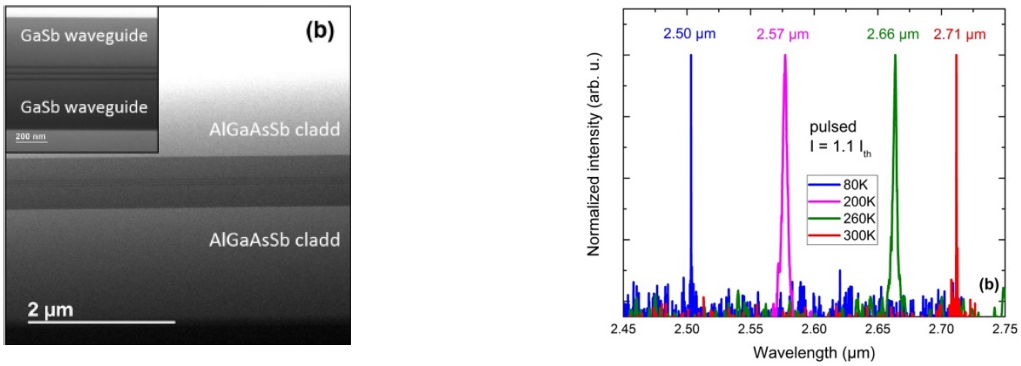

Figure 39 : Image TEM (PDI) en coupe de la structure laser (à gauche), spectres d'émission laser obtenus de 80 à 300 K (à droite).

Cette première démonstration de laser antimoniure contenant du Bi a été un succès puisque nous avons obtenu l'effet laser à température ambiante à une longueur d'onde de 2.7 µm [P22.]. Les courants de seuil sont néanmoins élevés (environ une décade plus importants que pour un laser « classique » avec des puits en GaInAsSb) et beaucoup reste à faire pour parvenir à des performances intéressantes.

Nous avons ensuite étudié la croissance du quaternaire GaInSbBi, afin d'explorer l'incorporation de Bi dans un alliage plus complexe, et qui pourrait permettre de réduire plus encore le bandgap de nos matériaux. À nouveau, l'influence des paramètres de croissance a été étudiée en détail, des couches simples et des puits quantiques ont été fabriqués [P4.]. Il est apparu que la présence d'In modifie profondément l'incorporation de Bi. Avec seulement 3.7% d'In, le maximum de Bi incorporé avant dégradation du matériau avoisine les 10%.

Lorsque la composition en In atteint 10%, ce maximum de Bi incorporé chute autour de 3% (Figure 40). Nous avons attribué cette diminution de l'incorporation de Bi avec l'augmentation de la composition en In au fait que d'une part les binaires InBi et GaBi doivent théoriquement se synthétiser dans des structures cristallines différentes (Zinc-Blende et PbO respectivement). D'autre part, les températures de substrat permettant d'incorporer de manière optimale Bi à GaSb ou à InSb sont très différentes (~100°C d'écart). Nous avons essayé différentes techniques visant à séparer spatialement le Bi de l'In en épitaxiant des empilements de couches très fines de GaSbBi et d'InSb par exemple (alliage digital), mais sans succès, car l'incorporation de Bi dans des couches aussi fines est difficilement maîtrisable.

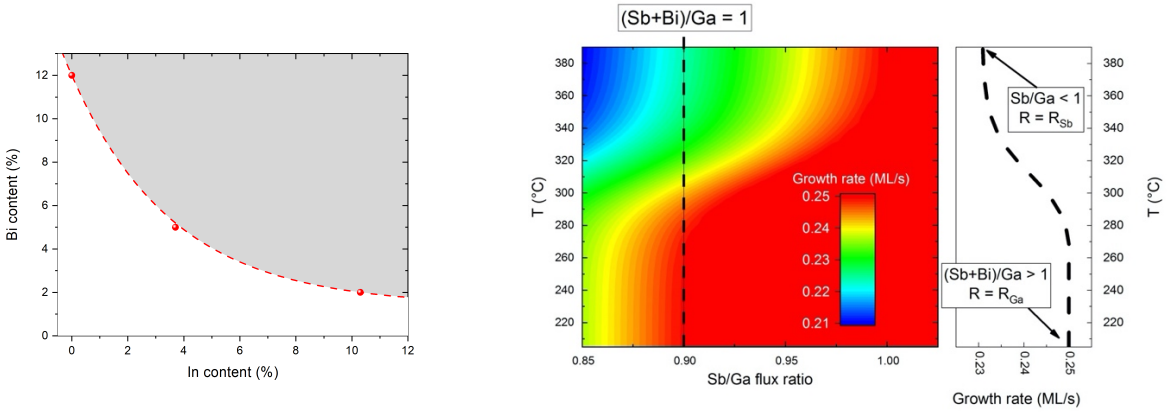

Figure 40 : Évolution de la composition maximale de Bi au-delà de laquelle une dégradation nette du matériau est observée en fonction de la composition en In (à gauche). Illustration de la variation de la vitesse de croissance en fonction de la température du substrat et du ratio de flux Sb/Ga (à droite), permettant d'ajuster ces deux paramètres par de simples mesures de la vitesse par RHEED.

Pour finir, nous avons établi une méthode simple et très efficace pour ajuster les paramètres de croissance durant l'épitaxie de GaSbBi. Comme il a été mentionné plus haut, les conditions de croissance de ces alliages sont très particulières et doivent de surcroit être ajustées très précisément afin de maximiser l'incorporation de Bi. Initialement, il était donc nécessaire de fabriquer plusieurs échantillons de test pour parvenir à trouver les conditions adéquates, ce qui était long et fastidieux. Pour résoudre ce problème, nous avons mis en place et publié une technique *in situ* basée sur les oscillations RHEED (Figure 40), qui permet par quelques mesures d'ajuster non seulement la vitesse de croissance, mais aussi et surtout le flux d'antimoine et la température du substrat [P12.].

Ce projet m'a permis de proposer et prendre en main une thématique nouvelle dans le groupe, et d'explorer un nouveau type de croissance et de matériau. Les nombreux résultats obtenus ont permis d'étudier en profondeur la croissance et les propriétés des alliages Ga(In)SbBi. Des puits quantiques ont aussi pu être réalisés, ce qui a débouché sur la première démonstration d'un laser à base de GaSbBi. Enfin, une méthode de calibration originale a été proposée.

E- Conclusion sur mes activités de recherche et d'encadrement

Mes travaux de recherche au cours des années passées se sont concentrés sur trois sujets : d'une part, l'intégration monolithique de composants lasers à base d'antimoniures sur substrats Silicium, et l'étude de photodétecteurs à superréseaux InAs/GaSb (sujets sur lesquels je travaille depuis mes débuts au CNRS), et d'autre part, un sujet plus personnel et plus récent qui concerne l'étude des alliages Ga(In)SbBi. Les travaux présentés ici doivent évidemment beaucoup aux neuf doctorants que j'ai eu la chance d'accompagner au cours de ces années, et que je remercie vivement, tout comme l'ensemble de l'équipe Nanomir ! Les points communs entre ces sujets sont les composants optoélectroniques infrarouges et la famille de matériaux semiconducteurs en proche accord de maille sur GaSb, thèmes phares de l'équipe Nanomir. Ma contribution personnelle dans les trois cas a essentiellement porté sur l'étude de l'épitaxie par jets moléculaires de ces matériaux et sur le développement de structures innovantes pour la réalisation de composants. De nombreux objectifs ont été atteints et des résultats importants obtenus. Concernant la croissance de matériaux III-Sb sur Silicium :

- Les bases de la préparation du substrat et du démarrage de la croissance sont comprises
- Une technique de croissance sur substrats (001) nominaux sans parois d'antiphase a été étudiée
- Des composants avec des performances proches de celles obtenues sur substrats natifs ont été obtenus sur ces substrats nominaux.

De même, pour l'étude des photodétecteurs à SR InAs/GaSb :

- L'influence du dopage et de la composition moyenne de la période du SR dans la zone d'absorption est maintenant comprise
- La première matrice MWIR française a pu être réalisée et caractérisée
- Un outil de modélisation des composants a été développé et permet d'optimiser des designs complexes type structures à barrière
- Des structures pour les grandes longueurs d'onde ont été étudiées et des matrices vont très prochainement être fabriquées à partir de nos échantillons.

Et enfin, pour ce qui concerne la nouvelle thématique autour du Bi :

- Prise en main d'une nouvelle thématique
- Les conditions de croissance du Ga(In)SbBi ont été explorées en couche simple et en puits quantiques, une méthode *in situ* d'ajustement des paramètres de croissance a été développée
- Première démonstration d'un laser à base de GaSbBi.

L'ensemble de ces résultats est reconnu à l'échelle internationale, et a donné lieu à 73 articles dans des revues internationales, 44 conférences invitées, 112 présentations dans des conférences internationales, ainsi qu'à 4 chapitres d'ouvrages, dont le détail est donné dans la Section 4 de ce mémoire.

6. Objectifs / Projet de recherche

Au cours des années passées, j'ai pu développer de solides bases et une expertise reconnue en ce qui concerne l'épitaxie par jets moléculaires des matériaux antimoniures d'une part et les photodétecteurs infrarouges d'autre part. Cette partie présente l'évolution future de mes travaux et les challenges sur lesquels je propose de m'investir.

A- Amélioration de la qualité des couches épitaxiées sur substrat Silicium

Nous avons réussi au cours de la période précédente à éliminer un grand nombre de défauts cristallins parmi ceux générés durant la croissance de nos matériaux sur substrats Silicium : micro-macles et surtout parois d'antiphase sur substrats (001) nominaux. Des composants avec des performances se rapprochant de celles obtenues sur substrats natifs ont été obtenus grâce à ces améliorations très significatives de la qualité générale du matériau épitaxié. Pour aller encore plus loin, la densité de défauts doit encore être diminuée, et cela concerne maintenant principalement les dislocations. Ces défauts sont dus au désaccord de paramètre de maille important existant entre Si et GaSb (~12%), et se trouvent en très grande densité à l'interface entre les deux matériaux pour accommoder ce désaccord. Un réseau de dislocations est ainsi formé, relaxant de manière très efficace la contrainte dès le début de la croissance. Cependant, une proportion importante de ces dislocations est transférée dans l'épaisseur du matériau par des phénomènes de dissociation puis glissement le long de plans <111>, à l'occasion d'une jonction imparfaite entre deux réseaux ou de l'interaction avec un autre défaut présent à la surface. Ces dislocations dites traversantes se propagent ensuite dans les différentes couches de la structure dégradant les performances des composants réalisés. Certaines au cours de leur mouvement peuvent se recombiner, et la densité décroît donc avec l'épaisseur, cependant, ce procédé très efficace dans les premières dizaines de nanomètres le devient de moins en moins au fur et à mesure que la densité, et donc que la probabilité de rencontre diminue. De ce fait, la densité de dislocations est toujours généralement de l'ordre de 10^9 à 10^{10} /cm² à une épaisseur atteignant le micron, bien loin des densités très faibles rencontrées dans les substrats natifs (<10^3 /cm²). Les techniques de réduction de densité de dislocations les plus avancées à l'heure actuelle combinent des traitement thermiques et filtrage par introduction de contraintes bi-axiale qui ont permis de parvenir à des densités de l'ordre de quelques 10^6 /cm²[32]. **Ces densités restent bien trop élevées, et c'est pourquoi je propose dans les années à venir d'étudier de nouvelles méthodes de filtrage pour les réduire encore.** J'ai déposé un projet ANR-DFG[33] (2020) en ce sens en collaboration avec le Paul Drude Institut de Berlin. Il s'agit d'étudier de nouvelles méthodes de filtrage basées sur l'interaction entre les dislocations et d'autres types de défauts, afin de favoriser les recombinaisons même loin de l'interface. Sans les développer toutes, la Figure 41 montre une des interactions que nous souhaitons explorer. Il s'agit de contrôler la taille et la forme des parois d'antiphase dont nous avons récemment trouvé qu'elles interagissent avec les dislocations en les accumulant dans les parois, ce qui favorise la probabilité de recombinaison par augmentation très significative de la densité locale[34]. À contre-courant de la plupart des travaux menés à l'heure actuelle, qui visent à empêcher la formation des parois, nous souhaitons donc favoriser leur développement et leur densité, de façon à « capturer » et recombiner le plus de dislocations possible. Le challenge est évidemment de contrôler parfaitement le processus, pour qu'il soit le plus efficace possible, mais en prenant garde que les parois se

[32] D. Jung et al., ACS Photonics 5 1094-1100 (2018)
[33] Deutsche Forschungsgemeinschaft
[34] M. Niehle et al., Scripta Materialia 132, 5-8 (2017)

referment tout de même sur une épaisseur raisonnablement faible pour pouvoir épitaxier un composant sans paroi par-dessus.

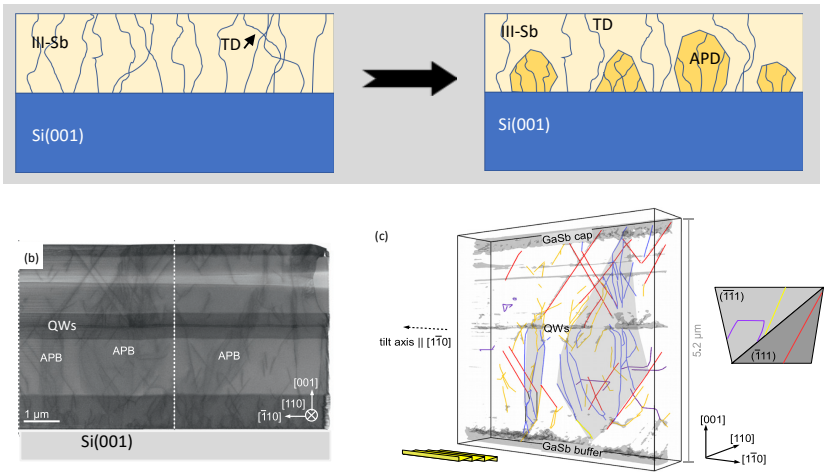

Figure 41 : Méthode de filtrage des dislocations traversantes par piégeage dans les domaines d'antiphase, et technique de caractérisation du phénomène par tomographie 3D au TEM au PDI.

B- Intégration des lasers à des structures plus complexes

Un autre aspect important sur lequel je propose de m'investir pour les années à venir concerne l'intégration à proprement parler de nos composants avec de la circuiterie photonique Silicium. En effet, jusqu'à présent, les lasers que nous avons réalisés sur Silicium représentent des démonstrations très importantes mais sont traitées comme le seraient des composants discrets. Ils sont donc clivés, séparés et testés individuellement. Pourtant, un des intérêts majeurs de ce genre de croissance, est de pouvoir coupler les composants III-V à un circuit photonique Silicium pour réaliser des capteurs par exemple. Pour cela, différentes stratégies sont envisageables. L'une d'entre elles consiste à épitaxier sur un substrat contenant déjà les couches nécessaires à la formation des guides d'ondes, mais gravées aux endroits où doit se situer le composant III-V. Nous avons commencé à explorer cette voie dans le cadre du projet REDFINCH. Ce projet européen vise à la réalisation de capteurs intégrés à base de différents types de lasers et de cellules photoacoustiques développées par le CEA. Les lasers utilisés doivent être soit issus d'une technique d'hybridation, soit directement épitaxiés et intégrés à des guides d'ondes SiO_2. Nous travaillons évidemment sur ce dernier point, et des premiers résultats prometteurs ont été obtenus (Figure 42). Le substrat utilisé est patterné par l'Université de Cork et comprend des caissons gravés d'une profondeur de 3 µm, dans lesquels doit se faire la croissance, tandis que le reste de la surface est protégé par une couche de SiN. L'idée est ici d'« enterrer » le laser afin que la zone active se retrouve au même niveau que les guides d'onde, proche de la surface. L'avantage de cette approche est de pouvoir épitaxier une couche tampon relativement épaisse (nécessaire pour diminuer la densité de défauts dans la zone active du composant) sans éloigner la zone d'émission des guides d'onde, ce qui nuirait évidemment à l'efficacité de couplage. La Figure 42 montre un résultat obtenu après épitaxie d'un laser, faisant apparaitre les différents motifs gravés et dans lesquels la croissance s'est effectuée de manière satisfaisante, et les zones couvertes de SiN sur lesquelles un dépôt amorphe a eu lieu, mais a ensuite été enlevé chimiquement. Ce premier laser a fonctionné avec des caractéristiques proches de celles généralement observées sur Silicium, cependant, beaucoup reste à

faire pour parvenir à un couplage de la lumière émise par le laser dans un guide d'onde, et ce laser a seulement pu être testé comme un composant discret.

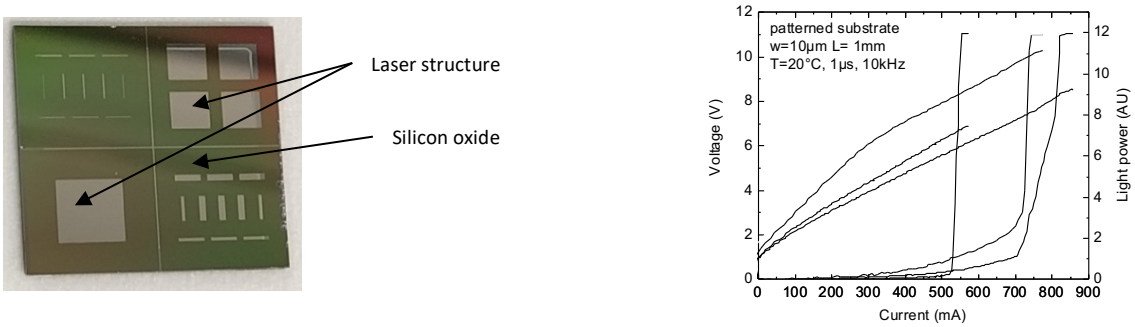

Figure 42 : (à gauche) Image optique d'un échantillon patterné, contenant des couches permettant de réaliser des guides d'ondes Si. Les zones argentées sont celles où l'épitaxie du composant laser III-V a été réalisée. (à droite) Caractéristiques P-I-V du laser en régime pulsé à température ambiante.

Pour viser de plus grandes longueurs d'onde, une approche consiste à épitaxier le laser sur un substrat de Silicium contenant des guides d'ondes en (Si)Ge. La Figure 43 montre un exemple de stratégie d'intégration dans ce cas de figure, avec un QCL, un guide d'onde SiGe et une forme de mesa permettant le couplage optique de l'un à l'autre. Le Ge permet en effet de guider des longueurs d'onde plus loin dans l'infrarouge, ce qui rend ce type d'approche particulièrement intéressante pour de nombreuses applications[35]. Cette approche va être développée dans le projet ANR Light-up, en collaboration avec le C2N et le Politecnico de Milan qui vient juste de démarrer.

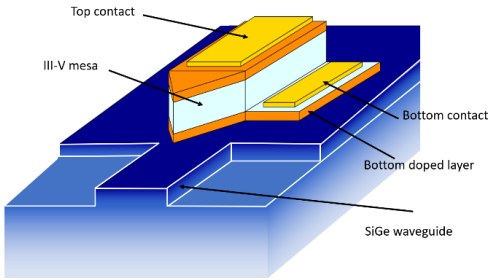

Figure 43 : Exemple de stratégie d'intégration d'un QCL à des guides d'onde SiGe.

Dans les deux cas (croissance dans un caisson et/ou sur pseudo-substrat Ge), de nouvelles études de croissance sont nécessaires pour obtenir des matériaux de qualité, et parvenir à des stratégies de couplage efficaces. **C'est un challenge important, avec un impact potentiel très fort en termes d'applications, dans lequel je vais m'investir pleinement dans les années à venir.** À plus long terme, il sera intéressant d'étudier des configurations plus complexes, dans lesquelles différents composants seront couplés. Un exemple particulièrement attractif serait de coupler par un système photonique Silicium comprenant les fonctionnalités adéquates un ou plusieurs QCL avec les détecteurs correspondants, qui pourraient être basés sur le même genre de structure : les détecteurs à cascades quantiques (QCD). On pourrait ainsi avoir dans une même croissance les deux types de composants, à condition d'optimiser le design de la structure réalisée pour qu'elle puisse remplir les deux rôles de manière efficace. D'autre part, des MEMS Silicium sont développés dans notre équipe

[35] D. Marris-Morini et al., Nanophotonics 7 (11) 1781 (2018)

par M. Bahriz pour réaliser des capteurs acoustiques, et il sera également très intéressant de voir dans le futur s'il est possible de coupler ce genre de composants pour aller vers des chips hybrides III-V/photonique Silicium / MEMS qui permettraient de réaliser des capteurs réellement miniatures et performants.

C- Photodétecteurs infrarouges

La thématique des photodétecteurs à SR a connu de profondes évolutions au cours des dix dernières années. En effet, de matériau considéré comme un peu exotique initialement, ces composants sont maintenant fabriqués et commercialisés par des industriels aux États-Unis, en Europe (par IRnova), en Israël et sans doute également en Chine avec des tailles et des performances impressionnantes. Les recherches « amonts » sur ce sujet deviennent naturellement de plus en plus marginales car la compréhension de ce matériau et les techniques de fabrication ont évolué très rapidement. De fait, il est nécessaire de modifier aussi notre approche de ce sujet, sur lequel je travaille depuis mes débuts en thèse en 2002. Je compte donc mettre à profit cette période de transition pour explorer d'autres types de photodétecteurs. J'ai déjà mentionné plus haut les QCD, qui me semblent être une idée très intéressante pour l'intégration sur Silicium, et dont la version en InAs/AlSb est très peu étudiée à ce jour. À titre personnel, ce sera l'opportunité de découvrir un nouveau composant, dont le principe de fonctionnement et l'architecture sont très différents de ce que j'ai pu faire jusqu'alors. De plus, l'application visée est totalement différente : détecter un faisceau laser à température ambiante *vs* quelques photons à température cryogénique, ce qui oblige à envisager différemment les figures de mérites importantes ou les optimisations à apporter.

D'autre part, je me suis rapproché de T. Taliercio, qui travaille dans notre groupe sur l'étude de structures plasmoniques « tout semi-conducteurs », et participe à une ANR ASTRID (nanoELASTIR, ONERA porteur) qui démarre cette année sur la fonctionnalisation intégrée de photodétecteurs. L'idée est d'incorporer au moment de l'épitaxie des couches dont la nano-structuration résultera en des propriétés de filtrage, afin de permettre par exemple de faire de l'imagerie hyper-spectrale sans recourir à des roues à filtres ou autres systèmes encombrants et fragiles. Ce projet démarre en Février 2020 et devrait là aussi me permettre d'enrichir mon expertise sur les photodétecteurs infrarouges.

D- Nouveaux matériaux

Finalement, le projet ANR JCJC BIOMAN concernant l'incorporation de Bi dans nos matériaux s'est achevé en Février 2020. Ce projet a été une excellente opportunité de prise en main d'une thématique, mais aussi de découverte de méthodes de croissance et de matériaux exotiques. Il a rapidement connu plusieurs succès qui ont permis un nombre important de publications ainsi que de nouvelles collaborations et une reconnaissance internationale de notre équipe dans la communauté des bismures dilués. Nous avons exploré de manière extensive les conditions de croissance du Ga(In)SbBi, étudié ses propriétés physiques principales, l'avons utilisé pour la réalisation de puits quantiques, et sommes même parvenus à démontrer un laser à base de ce matériau. Malgré ces avancées considérables, la qualité des matériaux obtenus n'est cependant pas compatible avec la fabrication de composants optoélectroniques, et on atteint sans doute une limitation importante liée soit au matériau lui-même (limite de solubilité), soit à la technique de croissance utilisée pour le fabriquer (MBE). Dans tous les cas, une nouvelle orientation doit là aussi être donnée à ce sujet, par l'étude de couches pour des

applications totalement différentes comme le BiSbTe pour les isolants topologiques par exemple, ou bien en se tournant vers un nouvel élément pour conserver une activité enrichissante sur l'exploration de nouveaux matériaux.

E- Conclusion

Pour les années à venir, je propose donc un projet mettant à profit mes compétences et adressant de nouveaux défis cohérents avec les moyens et les ambitions du groupe Nanomir. Les équipements acquis lors du précédent appel à projet EQUIPEX permettent en effet d'envisager sereinement le développement de nouveaux projets ambitieux. Comme je l'ai détaillé ci-dessus, mon activité devrait se recentrer principalement vers l'intégration de composants optoélectroniques sur plateformes Silicium. Au niveau du matériau, la recherche d'une amélioration de la qualité des couches épitaxiées va se poursuivre par l'exploration de nouvelles voies de filtrage des dislocations. L'étude de stratégies d'intégration à des guides d'onde par l'utilisation soit de croissances enterrées soit de nouvelles surfaces de démarrage (Ge) est aussi un objectif particulièrement crucial et motivant. Je mettrai à profit mes connaissances sur les photodétecteurs pour élargir la gamme de composants que nous réalisons sur ces substrats afin de pouvoir enfin envisager des systèmes complets. Ces systèmes pourront par exemple être des capteurs de gaz ou de molécules évidemment ou bien encore des liens optiques à des longueurs d'onde <2 µm. Les thématiques applicatives sont très larges, du diagnostic médical à la surveillance de pollution en passant par les économies d'énergie dans les datacenters par exemple.

Il est évident que le développement de composants performants et de systèmes miniaturisés reste un challenge pour lequel de nombreuses collaborations devront être nouées ou renforcées pour aller plus loin en termes de compréhension des mécanismes de croissance ou pour tout ce qui concerne l'intégration proprement dite, à des fonctions optiques en particulier. Les thèmes abordés, que ce soit au niveau matériau, composant ou systèmes / applications sont en phase avec de nombreux mots-clefs des appels à projets européens et nationaux, ce qui, je l'espère, permettra de déposer et financer ces nouveaux projets. Au niveau plus « local » enfin, certains aspects de ce projet rejoignent également les objectifs de l'i-site MUSE (sécurité alimentaire, santé) mais aussi les nouvelles ambitions de la région Occitanie concernant les technologies quantiques[36].

[36] « Technologies Quantiques » : un point sur l'activité recherche et innovation en région OCCITANIE, publications du CCRRDT mars 2019

ANNEXE : Sélection de Publications

[P66.] **J.-B. Rodriguez**, E. Plis, G. Bishop, Y.D. Sharma, H.S. Kim, L.R. Dawson and S. Krishna, *"nBn Structure Based on InAs/GaSb Type II Strain Layer Superlattices"*, Applied Physics Letters, vol. **91**, 043514 (2007)

[P26.] M. Delmas, **J.-B. Rodriguez**, R. Rossignol, A.S. Licht, E. Giard, I. Ribet-Mohamed and P. Christol, "*Identification of a limiting mechanism in GaSb-rich superlattice midwave infrared detector",* Journal of Applied Physics **119**, 174503 (2016)

[P24.] **J.-B. Rodriguez**, K. Madiomanana, L. Cerutti, A. Castellano, and E. Tournié, *"X-ray diffraction study of GaSb grown by molecular beam epitaxy on silicon substrates",* Journal of Crystal growth, Vol. 439, p. 33-39, 2016.

[P12.] H. Nguyen-Van, A. N. Baranov, Z. Loghmari, L. Cerutti, **J.-B. Rodriguez**, J. Tournet, G. Narcy, G. Boissier, G. Patriarche, M. Bahriz, E. Tournié and R. Teissier, *"Quantum cascade lasers grown on silicon"*, Sci. Rep. 8, 7206 (2018).

[P11.] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, and **J.-B. Rodriguez**, *"In situ determination of the growth conditions of GaSbBi alloys"*, J. Cryst. Growth 495, 9 (2018)

nBn structure based on InAs/GaSb type-II strained layer superlattices

J. B. Rodriguez, E. Plis, G. Bishop, Y. D. Sharma, H. Kim, L. R. Dawson, and S. Krishna[a)]
Center for High Technology Materials, University of New Mexico, 1313 Goddard St., South East Albuquerque, New Mexico 87106

(Received 24 April 2007; accepted 26 June 2007; published online 27 July 2007)

The authors report on a type-II InAs/GaSb strained layer superlattice (SLS) photodetector using an *nBn* design that can be used to eliminate both Shockley-Read-Hall generation currents and surface recombination currents, leading to a higher operating temperature. We present such a SLS based structure with a cutoff wavelength of 5.2 μm at room temperature. Processed devices exhibited a quantum efficiency around 18%, and a shot-noise-limited specific detectivity $\sim 10^9$ Jones at 4.5 μm and 300 K, which are comparable to the state of the art values reported for *p-i-n* photodiodes based on strained layer superlattices. © *2007 American Institute of Physics*. [DOI: 10.1063/1.2760153]

Mid-wave-infrared (MWIR) (3–5 μm) detectors are useful for a variety of terrestrial applications such as night vision, medical diagnostics, and pollution monitoring. Presently, all photonic detectors in this regime, such as those based on InSb and HgCdTe, need to be cooled to cryogenic temperatures (77–100 K) to avoid the deleterious effects arising due to large dark currents. There is a concerted effort at developing photonic detectors that can operate at elevated temperatures (200–250 K). Photodetectors based on InAs/GaSb strained layer superlattices (SLSs) have attracted a lot of attention in the past few years and now appear to be a possible alternative to the HgCdTe technology.[1] Among all the advantages of SLS materials, it has been reported that the relatively high electron effective mass ($\sim 0.04 m_0$) leads to a reduction of tunneling and Auger recombination, which should allow the operation of these detectors at higher operating temperatures.[2] In the MWIR, photodiodes with a Johnson noise limited specific detectivity (D^*) of $\sim 10^9$ Jones at 300 K have been reported,[3] along with the first images taken at room temperature of a soldering iron.[4] However, presently, all SLS based detectors are based on a photodiode (*p-i-n*) design. In a photodiode, the major sources of dark current are generation-recombination currents and trap assisted tunneling currents due to Shockley-Read-Hall centers, diffusion current, and surface leakage currents. The lack of a stable passivation layer for the SLS photodiodes is one of the primary limitations of the SLS based technology.

Recently, a heterostructure design has been proposed, which has not only demonstrated a 100 K increase in the background limited infrared photodetection temperature with an InAs bulk active region, but also exhibited extremely low surface currents.[5] This so-called *nBn* structure consists of a *n*-type narrow-band-gap thin contact layer, a 50–100 nm thick wide-band-gap material layer with a large barrier for electrons and no barrier for holes, and a thick *n*-type narrow-band-gap absorbing layer. As a result, the majority carrier current between the two electrodes is blocked by the large energy offset, while there is no barrier for photogenerated minority carriers. Thus, this device operates as a "minority carrier photoconductor." In this letter, we present an *nBn* structure based on a type-II SLS material and demonstrate promising results for the high temperature operation of this device. Using radiometric measurements, we have measured, at 300 K and 4.5 μm, a quantum efficiency (QE) of 18% and a shot noise limited D^* around 10^9 Jones ($V_b = -0.3$ V), which are comparable values to state of the art reports for MWIR *p-i-n* diodes based on the SLS material.

The structure was grown on a Te-doped GaSb (001) substrate by solid source molecular beam epitaxy in a VG-80 system, equipped with an arsenic valved cracker source, an antimony cracker source, and Ga/In SUMO® cells. A complete description of growth details and material characterization has been reported before.[6] The device consists of a 0.4 μm bottom contact layer made of SLS InAs (8 MLs)/GaSb (8 MLs) grown at 400 °C, a 50 nm thick $Al_{0.4}GaSb$ barrier layer grown at 520 °C, and a 3 μm thick absorbing layer made of the same material as the bottom contact layer, under the same growth conditions. The structural properties were assessed by high resolution x-ray diffraction. On the measured scans, the SLS material appears lattice matched to the substrate within 0.05%, while the AlGaSb layer peak is located at around 300 arcsec in compressive strain. The whole structure is unintentionally doped, with the SLS being residual *n* type with a carrier concentration in the low $10^{16}/\text{cm}^3$ at room temperature,[7] while the ternary layer is expected to be slightly residual *p* type. The alignment of the device energy bands is shown in Fig. 1. It is important to note here that in order to get a zero energy band offset between the barrier and the SLS valence bands, an optimization

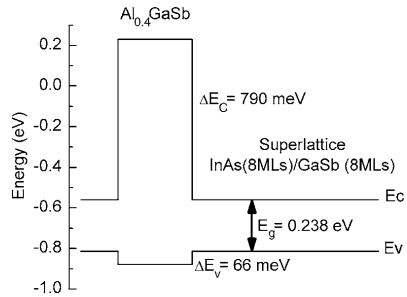

FIG. 1. Heterostructure schematic of the *nBn* structure along with the calculated offsets.

[a)]Electronic mail: skrishna@chtm.unm.edu

 © 2007 American Institute of Physics
Downloaded 26 Jun 2008 to 162.38.208.149. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/apl/copyright.jsp

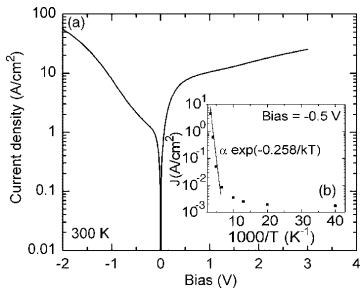

FIG. 2. (a) Current voltage characteristics of the *nBn* structure at room temperature. (b) The activation energy extracted from the temperature dependent *IV* curve is almost equal to the band gap, indicating that the device is diffusion dominated at high temperatures.

of both the composition and the doping level of the ternary layer is required and is currently under study in our group. For the structure that was grown, the nominal composition of the AlGaSb barrier was chosen to have a small (not necessarily zero) valence band offset. The sample was cleaved and processed with standard photolithography and dry etching into 400×400 μm^2 devices with a 300 μm diameter circular aperture. Current voltage (*IV*) characteristics were measured for temperatures ranging from 25 to 300 K. Bias was taken as positive when voltage polarity is positive on the top contact. A typical current density versus bias curve measured at 300 K, together with the temperature dependence of the current density for a −0.5 V bias, is presented in Fig. 2. The asymmetric *IV* curve is probably due to the asymmetrically placed AlGaSb barrier. The inset in Fig. 2 shows the measured activation energy from the temperature dependent *IV* curves. It is to be noted that at high temperatures, the activation energy (0.258 eV) is found to be very close to the nominal value of the optical band gap (0.238 eV). This behavior indicates that the current is dominated by diffusion mechanism, therefore confirming our earlier premise that the barrier effectively blocks the majority carrier current.

A Mikron blackbody at 500 °C was used to measure the responsivity and QE, while the spectral response was measured using a Nicolet 670 Fourier transform infrared spectrometer. Under a −0.3 V bias and at room temperature, the device exhibits a QE as high as 18% at 4.5 μm (Fig. 3). In the case of a focal plane array configuration (with the substrate removed, the top metal contact acts as a mirror to

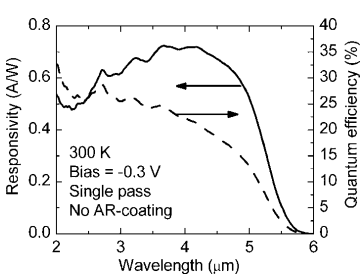

FIG. 3. Room temperature spectral response and quantum efficiency under a −0.3 V bias, obtained using a Nicolet 670 Fourier transform infrared spectrometer.

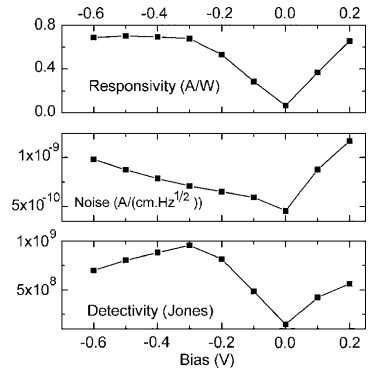

FIG. 4. Responsivity, noise current, and detectivity obtained from the *nBn* structure at room temperature using a calibrated blackbody at 500 °C.

ensure a double pass through the active region) and an adequate antireflection coating, we estimate that the QE would reach about 40% at 4.5 μm. Finally, D^* was calculated using the following equation:

$$D^* = R\sqrt{2qJ + (4kT)/(R_d A_d)}, \quad (1)$$

where R is the responsivity, q the electronic charge, T the temperature of the device, k the Boltzmann constant, J the current density, R_d the dynamic resistance, and A_d the diode area. The maximum D^* was found under a −0.3 V bias and is $\sim1\times10^9$ Jones at 4.5 μm, which is comparable to the values found in the literature for regular *p-i-n* diodes. These results are summarized in Fig. 4. It is to be noted that Eq. (1) does not include any photoconductive gain (which is assumed to be equal to 1, as in a photodiode). Surprisingly, the best QE and lower dark currents are achieved in reverse bias, while one would expect an optimal operation under no bias or small forward bias. We believe that this behavior is due to the imperfect Ohmic contacts as the metal contacts evaporated directly on the narrow band gap, undoped material, leading to energy barriers at these interfaces. Improvements of both composition and doping levels of the contact layers are currently undertaken in our group to solve this issue.

In conclusion, a SLS-based *nBn* structure was presented; the barrier was made of a 50 nm thick $Al_{0.4}GaSb$ layer. Electrical and optical characterizations were carried out and showed a room temperature performance comparable to the state of the art for the *p-i-n* regular design operating in a similar wavelength range. The quantum efficiency was found to be 18%, and the maximum D^* was measured to be $\sim10^9$ Jones at 4.5 μm.

This work was supported by ARL/CTA and MDA.

[1]A. Rogalski and P. Martyniuk, Infrared Phys. Technol. **48**, 39 (2006).
[2]H. Mohseni, V. Litvinov, and M. Razeghi, Phys. Rev. B **58**, 15378 (1998).
[3]Y. Wei, A. Hood, H. Yau, A. Gin, M. Razeghi, M. Z. Tidrow, and V. Nathan, Appl. Phys. Lett. **86**, 233106 (2005).
[4]M. Razeghi, Y. Wei, A. Hood, D. Hoffman, B. M. Nguyen, P. Y. Delaunay, E. Michel, and R. McClintock, Proc. SPIE **6206**, 62060N-1 (2006).
[5]S. Maimon and G. W. Wicks, Appl. Phys. Lett. **89**, 151109 (2006).
[6]E. Plis, S. Annamalai, K. T. Posani, S. Krishna, R. A. Rupani, and S. Ghosh, J. Appl. Phys. **100**, 014510 (2006).
[7]A. Hood, D. Hoffman, Y. Wei, F. Fuchs, and M. Razeghi, Appl. Phys. Lett. **88**, 052112 (2006).

Downloaded 26 Jun 2008 to 162.38.208.149. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/apl/copyright.jsp

JOURNAL OF APPLIED PHYSICS **119**, 174503 (2016)

Identification of a limiting mechanism in GaSb-rich superlattice midwave infrared detector

Marie Delmas,[1,2] Jean-Baptiste Rodriguez,[1,2] Rémi Rossignol,[1,2] Abigail S. Licht,[1,2,3] Edouard Giard,[4] Isabelle Ribet-Mohamed,[4] and Philippe Christol[1,2,a)]
[1]*Université de Montpellier, IES, UMR 5214, F-34000 Montpellier, France*
[2]*CNRS, IES, UMR 5214, F-34000 Montpellier, France*
[3]*Renewable Energy and Applied Photonics Laboratories, Electrical and Computer Engineering Department, Tufts University, Medford, Massachusetts 02155, USA*
[4]*ONERA, Chemin de la Hunière, 91761 Palaiseau, France*

(Received 17 February 2016; accepted 23 April 2016; published online 6 May 2016)

GaSb-rich superlattice (SL) p-i-n photodiodes grown by molecular beam epitaxy were studied theoretically and experimentally in order to understand the poor dark current characteristics typically obtained. This behavior, independent of the SL-grown material quality, is usually attributed to the presence of defects due to Ga-related bonds, limiting the SL carrier lifetime. By analyzing the photoresponse spectra of reverse-biased photodiodes at 80 K, we have highlighted the presence of an electric field, breaking the minibands into localized Wannier-Stark states. Besides the influence of defects in such GaSb-rich SL structures, this electric field induces a strong tunneling current at low bias which can be the main limiting mechanism explaining the high dark current density of the GaSb-rich SL diode. *Published by AIP Publishing.*
[http://dx.doi.org/10.1063/1.4948670]

I. INTRODUCTION

Among the high performance cooled infrared (IR) photodetectors, the InAs/GaSb superlattice (SL) material system is an emerging competitor.[1] The particular type-II broken gap band alignment of the InAs/GaSb SL structure provides many advantages for IR detection. Through modulating the periodicity of the constituent SL ratios, the band structure can be engineered to a specific wavelength over a wide range of values while maintaining the SL structure lattice matched to the GaSb substrate[2] and reducing the dark current through the management of Auger recombination rates.[3] However, concerning dark currents, the InAs/GaSb SL has not yet reached its theoretical predictions nor surpassed those of mercury cadmium telluride (MCT) detectors.[4,5] The main reason is that the Shockley-Read-Hall (SRH) mechanism limits the minority carrier lifetime of the SL, which results in higher current densities than those of MCT. In the midwave infrared (MWIR) and longwave infrared (LWIR) spectral domain, the measured SL minority carrier lifetimes range from 10 ns to about 150 ns at 77 K,[6–14] which are significantly lower than MCT carrier lifetimes.[9] For many years, the poor carrier lifetimes in SL materials have been attributed to native defects in the GaSb binary layer and other Ga-related bonds.[10,11] As a result, the InAs/InAsSb SL (called "Ga-Free") has been considered as an alternative to the InAs/GaSb SL because of the longer carrier lifetimes of this material in the MWIR[15] and LWIR.[16] Despite this fact, Ga-Free detector performances have not proved to be superior to InAs/GaSb detectors.[17,18]

For a better understanding of the impact of the GaSb content, we have recently studied the influence of the InAs/GaSb SL period composition and the thickness on the material and device properties.[19,20] We found that the SL period mainly composed of GaSb (hereto referred to as "GaSb-rich") has a higher current density than the SL structure mainly composed of InAs ("InAs-rich") having the same cut-off wavelength of 5 μm at 77 K. The current density difference between these MWIR structures is extremely large with almost a factor of 50.

In this work, the GaSb-rich SL structure is further studied in order to understand the poor dark current characteristics typically obtained compared to the InAs-rich structures. Section II explores the influence of the growth conditions of the GaSb-rich SL structure on the electrical performance. The dark current is then analyzed in Section III with ATLAS simulation software from SILVACO. In Section IV, spectral photoresponses of the GaSb-rich SL structures under electric field are reported, highlighting the main mechanism limiting the electrical performances of MWIR GaSb-rich SL photodiodes.

II. INFLUENCE OF THE GROWTH CONDITIONS ON ELECTRICAL PERFORMANCES

Although the minority carrier lifetime can be lower in the GaSb-rich SL structure than in the InAs-rich one,[10] it cannot itself account for the large difference in current density values.[19] Nevertheless, a possibility is that the molecular beam epitaxy (MBE) growth conditions used for the InAs/GaSb SL are not suitable for the GaSb-rich SL, resulting in extremely low lifetimes. The SL growth temperature is usually 400 °C in order to maintain a good quality of the InSb-like interfaces.[21] However, the GaSb binary compound is

[a)]Author to whom correspondence should be addressed. Electronic mail: christol@ies.univ-montp2.fr. Tel.: (+33) 467 143 826.

Reuse of AIP Publishing content is subject to the terms at: https://publishing.aip.org/authors/rights-and-permissions. Download to IP: 213.190.86.42 On: Mon, 09 May 2016 09:02:44

usually grown at higher temperature than 400 °C. The optimal growth temperature of the GaSb-rich period could therefore also be higher. As such, we studied higher growth temperatures (450 °C) of GaSb-rich SL in order to improve the current density values. Because the InSb-like interfaces are degraded at 450 °C, the shutter sequences employed during the growth were first adapted to grow the GaSb-rich SL structures at high temperatures.

We then compared the electrical performances of two similar GaSb-rich SL p-i-n photodiodes grown at different substrate temperatures (T_{growth}) in a RIBER Compact 21 MBE reactor. Sample A was grown at 450 °C with optimized growth conditions for high temperature and sample B at 400 °C using usual growth conditions.[21] The GaSb-rich SL p-i-n structures studied consist of a 200 nm thick p-doped ($P \sim 1 \times 10^{18}\,cm^{-3}$) GaSb buffer layer, followed by a 60 nm thick p-doped ($P \sim 1 \times 10^{18}\,cm^{-3}$) InAs/GaSb SL, a 500 nm thick non-intentionally doped (nid) InAs/GaSb SL active region, a 60 nm thick n-doped ($N \sim 5 \times 10^{17}\,cm^{-3}$) InAs/GaSb SL, and a 20 nm Te-doped ($N \sim 5 \times 10^{17}\,cm^{-3}$) InAs contact layer. The InAs/GaSb SL period of the active region is composed of 11 monolayers (MLs) of InAs and 20 MLs of GaSb, for a cut-off wavelength at around 4.75 μm at 77 K.

To validate the structural quality of the two samples, the surface morphology has been observed by the atomic force microscope (AFM) on a 2 μm × 2 μm scan area (Figure 1). Excellent root mean square (RMS) surface roughness values were obtained and atomic steps were clearly observed.

Circular mesa photodiodes were then fabricated using standard photolithography procedures. Mesa photodiodes were realized by wet-etching and the polymerized photoresist was subsequently spread onto the surface to protect the samples from ambient air.[22]

Current density voltage characteristics were measured using a Keithley 6571A electrometer. The current density of samples A and B under dark conditions at 77 K is reported in Figure 2. As a bench mark comparison, the dark current density of an InAs-rich SL pin photodiode, having a cut-off wavelength of 5.15 μm at 77 K,[23] is also plotted. It can be seen that the reverse dark current for both GaSb-rich structures is close. While the growth conditions were optimized at high temperature, the dark current of the GaSb-rich photodiode has not been improved. Despite the very different growth conditions (substrate temperature, shutter sequence), the two devices show similar dark current density, which implies that the limiting factor is unlikely to be the material quality as initially suggested.

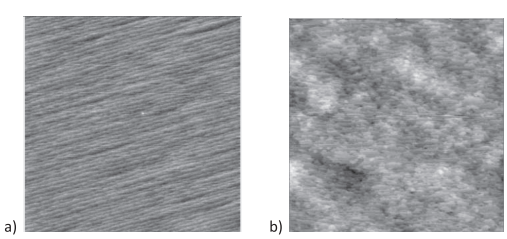

FIG. 1. AFM on a 2 μm × 2 μm scan area: sample A (a) and sample B (b).

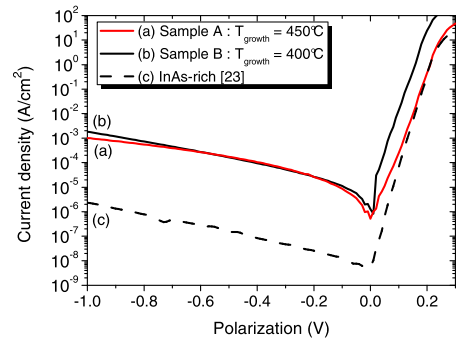

FIG. 2. Current density as function of the applied voltage of sample A ($T_{growth} = 450\,°C$) and sample B ($T_{growth} = 400\,°C$) performed in dark conditions at 77 K. As comparison, the current density of an InAs-rich SL photodiode is also plotted (dashed line).[23]

In order to better understand these results, simulations of the dark current were performed using the TCAD (Technology Computer Aided Design) SILVACO software and the results are presented in Section III.

III. DARK CURRENT SIMULATION

The simulations reported in this section were done using the ATLAS software from SILVACO which has already been used to simulate the dark current of InAs-rich SL p-i-n photodiodes.[23] To determine the dark current-voltage characteristics of the MWIR GaSb-rich SL photodiode, a bulk-based model with the effective band gap of the SL material (261 meV at 77 K) is used. For the dark current density of the diode (J_{diode}), several contributions have to be considered: diffusion current (J_{Diff}), generation-recombination current (J_{GR}), trap assisted tunneling current (J_{TAT}), and band-to-band tunneling current (J_{BTB}). The total dark current of the diode is then given by

$$J_{diode} = J_{Diff} + J_{GR} + J_{TAT} + J_{BTB}. \quad (1)$$

The material parameters of the GaSb-rich SL have to be specified for the dark current simulation. Some parameters, such as the effective electron mass,[24] were found in the literature, while the others were set by calculating the weighted average of InAs and GaSb bulk values available in the ATLAS manual[25] and extracted from Ref. 26. The conductivity of the minority carriers was determined by the Hall measurement. A dedicated nid GaSb-rich SL structure was grown by MBE on GaSb substrate. Next, a specific process was done to remove the conductive GaSb substrate and then the Hall measurement was performed at 77 K, giving a p-type conductivity. More details on such measurements can be found in Ref. 27. The background carrier concentration was extracted from the capacitance-voltage characteristic of a GaSb-rich SL p-i-n diode. A residual carrier concentration equal to $4.3 \times 10^{15}\,cm^{-3}$ was determined at 77 K for sample A. The material parameters of the GaSb-rich SL chosen for the simulation are summarized in Table I.

Reuse of AIP Publishing content is subject to the terms at: https://publishing.aip.org/authors/rights-and-permissions. Download to IP: 213.190.86.42 On: Mon, 09 May 2016 09:02:44

TABLE I. Parameter values used for GaSb-rich SL in ATLAS simulation.[25,26]

Parameter	Values
Varshni's parameter α	0.35 meV/K
Varshni's parameter β	350 K
Permittivity	$15.50\varepsilon_0$
Electron affinity	4.63 eV
Electron effective mass	$0.0382m_0$
Hole effective mass	$0.236m_0$

In this section, we analyze the dark current of sample A. Although it has particular growth conditions, its dark current is of the same order of magnitude than the GaSb-rich SL photodiodes grown under standard growth conditions.

The model used for the dark current simulations is the same as the one used in previous publications.[23] In particular, we took into account the generation-recombination and the trap-assisted tunneling current through the Hurkx model.[28] The trap energy level, the tunneling mass, and the minority carrier lifetime are the parameters to be determined to fit the experimental curve. The minority carrier lifetime of the GaSb-rich SL structure was extracted from time resolved photoluminescence (TRPL) measurements. These experiments were done on a dedicated sample made of nid GaSb-rich SL structure (500 nm thick) sandwiched by two nid AlSb barriers (20 nm thick) to confine the optically injected carriers into the SL region (inset of Figure 3). An optical parametric oscillator (OPO) light source at 1.55 μm was used as an excitation source, with a pulse width of 10 ns and a repetition rate of 149.8 kHz. The PL signal was focused on a fast HgCdTe single pixel detector (8 μm cut-off wavelength, 4 ns temporal response, and 200 K operating temperature), and a 2.5–20 μm band-pass filter was used to avoid any residual light collection. The PL decays were then sampled by a digital oscilloscope.

Figure 3 presents the photoluminescence signal (I_{PL}) as a function of time for sample A at 80 K. We observe an exponential decay which can be fitted by the following equation:[8]

$$I_{PL}(t) = A \cdot \delta_{n_0}^2 \cdot \left[e^{-2t/\tau} + \frac{p}{\delta_{n_0}} e^{-t/\tau} \right], \quad (2)$$

where A is an experimental constant, p is the residual background concentration, estimated equal to $4.3 \times 10^{15}\,\mathrm{cm}^{-3}$, δ_{n_0} is the optically generated excess carrier density at $t = 0$ s, estimated equal to $7 \times 10^{17}\,\mathrm{cm}^{-3}$, and τ is the minority carrier lifetime.

Using a Metropolis-Hastings algorithm, the minority carrier lifetime was determined to be equal to 30 ns at 80 K which is consistent with recent measurements performed on specific MWIR SL samples.[12]

The trap energy level was fixed to the Fermi energy level, where they are the most efficient. Finally, the tunneling mass was calculated as the reduced mass equal to $(m_c \times m_h)/(m_c + m_h)$, with m_c and m_h being the electron and hole effective mass, respectively.

The experimental and simulated dark currents using these parameters are plotted in Figure 4. We observe in reverse bias a large difference of about two orders of magnitude between both curves. The fitting can be improved by decreasing the lifetime down to 0.3 ns rather than 30 ns (Figure 4). In this case, a good agreement is obtained for reverse bias, but the simulated dark current is significantly overestimated for positive bias, and the chosen minority carrier lifetime is anyway very different from the one measured by TRPL. It is thus very unlikely that the large difference observed between the simulation and the experiment originates from the minority carrier lifetime value taken for the simulation.

To go further in the dark current simulation, the model has been refined by adding an ohmic current due to the shunt resistance (J_{shunt}) originating from the surface and bulk leakage currents. The total dark current of the diode (J_{tot}) is then given by

$$J_{tot} = J_{diode} + J_{shunt}. \quad (3)$$

The parameters to be determined are the minority carrier lifetime and the R_{shunt}.A product (with A the photodiode area). The best agreement with experimental J-V curves

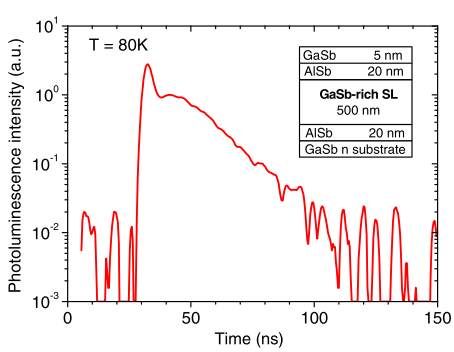

FIG. 3. Experimental time-resolved photoluminescence data performed at 80 K on a dedicated structure grown on n-type GaSb substrate (inset). The fast initial peak decay is due to optical-injection of excess carriers.

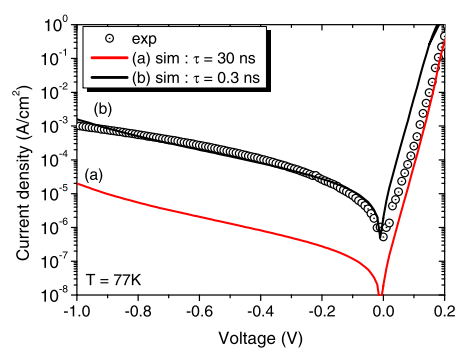

FIG. 4. Experimental (open circles) and simulated (solid line) dark current densities of sample A at 77 K with a lifetime value fixed at 30 ns (a) and at 0.3 ns (b).

Reuse of AIP Publishing content is subject to the terms at: https://publishing.aip.org/authors/rights-and-permissions. Download to IP: 213.190.86.42 On: Mon, 09 May 2016 09:02:44

across the entire voltage sweep (Figure 5) was obtained for a lifetime of 7 ns and an R_{shunt}. A value of 15 kΩ cm^2. Despite the use of the R_{shunt}, a minority carrier lifetime far from the values measured by TRPL has to be used. Moreover, this fitting method has been applied to a set of different GaSb-rich devices (not described here) having different cut-off wavelengths in the 4.6–5.4 μm range, for which we verified that R_{shunt} could not be linked to either the bandgap or the material quality. As the R_{shunt} is generally associated with defects in material, as recently shown in MCT photodiodes,[29] we can conclude that the discrepancy observed between the experimental and simulated curves cannot be ascribed to an additional R_{shunt} that would be specific to GaSb-rich photodiodes.

In order to determine the origin of this ohmic current, we studied the photoresponse spectra of the GaSb-rich SL photodiode under an applied electric field.

IV. SPECTRAL RESPONSE UNDER ELECTRIC FIELD

Spectral response measurements were performed at 80 K on two GaSb-rich SL photodiodes having different absorption thicknesses (t_{AZ}): 500 nm (t_{AZ1}) (sample A) and 1 μm (t_{AZ2}). The curves obtained at different reverse biases have been normalized and plotted in Figure 6.

When a reverse bias is applied, the shape of the spectral response is changing for both samples. We can easily observe in Figure 6 that when the reverse bias is increased, the cut-off wavelength around 4.75 μm is red shifted, while the peak around 3.5 μm is blue shifted. We assume that the changes of the spectral response shape arise from two valence to conduction inter-miniband transitions, which we denote E1 and E2. The E1 transition corresponds to the fundamental transition between the first heavy hole miniband (HH1) and the first electron miniband (C1), while the E2 transition corresponds to the transition between the second heavy holes miniband (HH2) and C1. When an electric field is applied, these transitions are divided into a "blue" and a "red" component (E1B; E1R) and (E2B; E2R). At an equivalent electric field, the spectral response is essentially the same for both samples, which means that the changes observed originate from the depletion region in the photodiode.

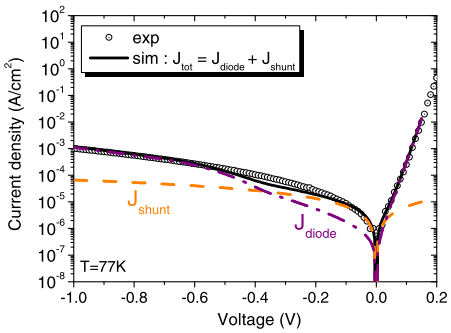

FIG. 5. Experimental (open circles) and simulated (solid line) dark current of sample A at 77 K. The diode current (dashed line) and the ohmic current (dashed-dotted line) are also plotted.

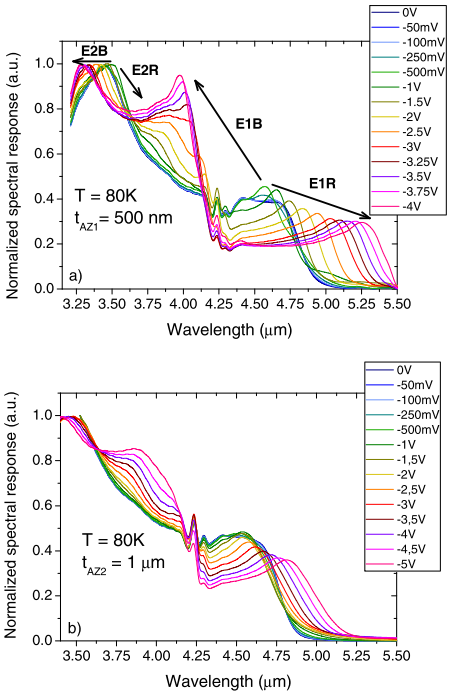

FIG. 6. Photoresponse spectra of reverse biased GaSb-rich SL p-i-n photodiodes measured at 80 K. The absorption thickness is 500 nm (a) and 1 μm (b). Under an applied bias, the interminiband transitions E1 and E2 are divided in two components (E1R; E1B) and (E2R; E2B).

The energy shifts of the SL photoresponse spectra can be attributed to transition energies due to Wannier-Stark localization. Such Stark effects have already been observed in type-II InAs/GaSb SL as changes in both the spectral response shape[30] and the current-voltage characteristics.[30,31]

In the absence of an electric field, the carriers in the SL are confined in the minibands. When an electric field is applied parallel to the growth direction of the SL structure, the carriers tend to be localized on discrete energy levels, decreasing the spatial coherence of the wavefuntions. Thereby, each miniband is divided into discrete energy levels separated by an energy $\Delta E = q.F.d_{SL}$, where q is the electron charge, F is the electric field, and d_{SL} is the SL period. Stark transitions can therefore occur between valence and conduction energy levels. These transition energies E are given by[30]

$$E = E_0 + mqFd_{SL}, \tag{4}$$

where E_0 is the transition energy when no electric field is applied and m is the Stark index. In a type-II SL, the transitions being spatially indirect compared to a type-I SL, the Stark indices thus assume the values $m = \pm 1/2, \pm 3/2, \pm 5/2, \ldots$

The carriers are completely localized (electrons and holes in the InAs and the GaSb layers, respectively), when

Reuse of AIP Publishing content is subject to the terms at: https://publishing.aip.org/authors/rights-and-permissions. Download to IP: 213.190.86.42 On: Mon, 09 May 2016 09:02:44

the electric field reaches the limit $F_{lim} \gg \Delta/qd_{SL}$ with Δ the miniband width. In the case of sample A with $t_{ZA1} = 500$ nm, we calculated the maximum electric field F_{max} of the junction as a function of the applied reverse bias, using the following equation:

$$F_{max}(V) = \frac{V_d - V}{W_{dep}(V)}, \quad (5)$$

where V is the applied bias, V_d is the built-in voltage, and W_{dep} the depletion width. The result is plotted in Figure 7.

The built-in electric field F_0 calculated at 0 V is equal to 8 kV/cm. For the GaSb-SL structure, the electron miniband width being equal to 9 meV and the SL period, measured by HRXD, being equal to 8.9 nm, the electric field F_{lim} is thus equal to 10 kV/cm. This electric field value is reached when the reverse bias value is only equal to −135 mV (Figure 7). Thereby, the changes of the spectral response are clearly visible when the reverse applied bias is higher than 135 mV (Figure 6(a)).

To confirm the Wannier-Stark localization in GaSb-rich SL structure, the peak positions E1R and E1B of the spectral response are plotted as a function of the electric field F in the structure (Figure 8), which is equal to the sum of the applied electric field F_{app} and the built-in electric field F_0. The calculated transition energies using the envelope function approximation are also reported. As we can see, the calculated transition energies match quite well with those of the measured spectral response, except for E1B, but this transition is hidden by the CO_2 absorption peak around 4.25 μm and the transition energies E1B and E2R are probably mixed (Figure 6(a)). Besides that, as expected, the transition energies vary linearly with the electric field and the slopes of the transition E1R and E1B are equal to −1/2 and 1/2, respectively. This result confirms the formation of localized Wannier-Stark states in the depletion region of the Type-II GaSb-rich SL diode.

A schematic view of the SL p-i-n band diagram is plotted in Figure 9 for an electric field of 18 kV/cm. This electric field value corresponds to an applied reverse bias of 50 mV

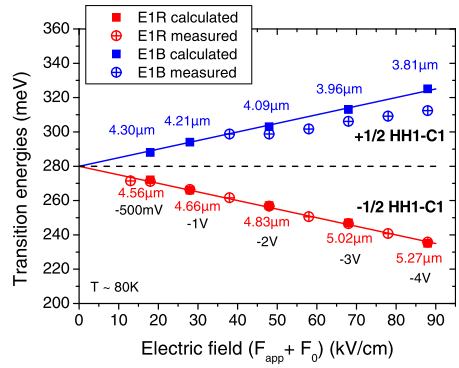

FIG. 8. Transition energies E1R and E1B as a function of the total electric field $F = F_{app} + F_0$, where F_{app} is the applied electric field and F_0 is the built-in electric field.

on an absorption thickness of 500 nm with a built-in electric field of 8 kV/cm. The probability densities associated with two electron energy levels surrounding a hole energy level for the transitions E1B and E1R are also plotted. It can be seen that the electric field breaks the three dimensional nature of the InAs/GaSb SL minibands. The carriers are then strongly confined in quasi-bidimensional states, just like in an InAs/GaSb multi-quantum well structure, with electrons and holes localized in InAs and GaSb layers, respectively.

Because the minibands are reduced into discrete energy levels, a tunneling current can therefore appear in the case of p-i-n photodiodes. This tunneling current occurs between the top of the first hole miniband HH1 of the P-region and a discrete energy level which is energetically aligned in the intrinsic region of the photodiode, as suggested by Bürkle *et al.*[30] and as illustrated in Figure 10. It is thus obvious that the simulation previously described cannot take into account this strong discontinuity of the SL. The ohmic current used to adjust the simulation to the experiment is probably linked to this tunneling current into the GaSb-rich p-i-n photodiode. Additionally, this tunneling current may also explain why we did not see significant improvements of the dark current

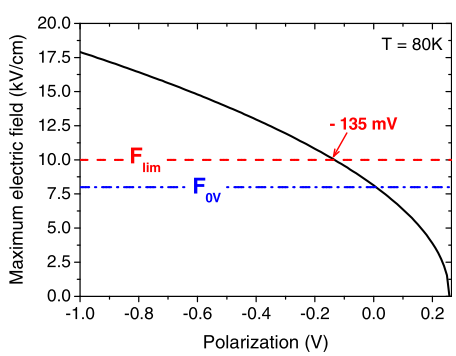

FIG. 7. Maximum electric field of sample A calculated as a function of the applied voltage at 80 K.

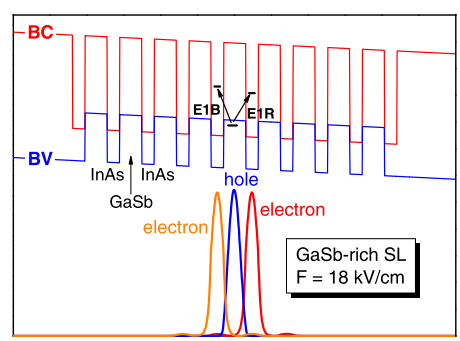

FIG. 9. Band diagram of the GaSb-rich SL at an applied electric field of 18 kV/cm. The electron and hole probability densities for the E1B and E1R transitions are also shown.

Reuse of AIP Publishing content is subject to the terms at: https://publishing.aip.org/authors/rights-and-permissions. Download to IP: 213.190.86.42 On: Mon, 09 May 2016 09:02:44

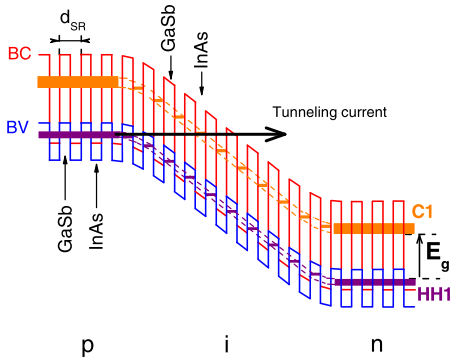

FIG. 10. Schematic view of the GaSb-rich SL p-i-n photodiode.[30]

performance when changing the growth conditions of the GaSb-rich SL structure.

In the case of InAs-rich SL, we did not observe the Wannier-Stark effect on the spectral response. Indeed, the carriers are completely delocalized even if an electric field is applied. The carrier are completely localized when the electric field reaches an estimated value of 1.7×10^3 kV/cm, which is three orders of magnitude superior than in the case of the GaSb-rich SL. The InA-rich SL structure, given its thin period (3.3 nm) and its large conduction miniband, is not disturbed by the electric field, regardless of the applied bias.

V. CONCLUSION

In conclusion, we studied the GaSb-rich SL MWIR photodiodes which have a higher current density than the InAs-rich SL ones. Alternative growth conditions were explored in order to improve the material quality and thus improve the minority carrier lifetime in the GaSb-rich SL structure. However, upon improving the material quality, the dark currents obtained were still of the same order of magnitude. It seems that an intrinsic phenomenon in the GaSb-rich SL structures is deteriorating the performance; this intrinsic phenomenon has been modeled using an ohmic current in the dark current simulations. By analyzing the spectral response, we have clearly identified that the behavior of the GaSb-rich SL structures depends on the electric field in the active region and also on the periodicity of the SL structure. This dependence is characterized by the apparition of spectral signatures in the photoresponse attributable to Wannier-Stark ladder. Besides the presence of defects inherent in a GaSb-rich structure, the electric field induces a strong tunneling current at low biases, which therefore limits the current-voltage characteristics. This limiting mechanism can explain the high current density of the GaSb-rich SL photodiode. Nevertheless, at the present state of our theoretical investigations, the quantum effects into the GaSb-rich SL structures and their influence on the dark current are difficult to quantify, and an accurate transport model is required to explain the performance of GaSb-rich SL p-i-n photodiodes.

ACKNOWLEDGMENTS

This work was partially funded by the French DGA and by the French "Investment for the Future" program (EquipEx EXTRA, ANR 11-EQPX-0016).

[1]M. Razeghi, A. Haddadi, A. M. Hoang, G. Chen, S. Bogdanov, S. R. Darvish, F. Callewaert, P. R. Bijjam, and R. Mc Clintock, "Antimonide-based type II superlattices: A superior candidate for the third generation of infrared imaging systems," J. Electron. Mater. **43**, 2802 (2014).
[2]N. Gautam, M. Naydenkov, S. Myers, A. V. Barve, E. Plis, T. Rotter, L. R. Dawson, and S. Krishna, "Three color infrared detector using InAs/GaSb superlattices with unipolar barriers," Appl. Phys. Lett. **98**, 121106 (2011).
[3]C. H. Grein, P. M. Young, and H. Ehrenreich, "Minority carrier lifetimes in ideal InGaSb/InAs superlattices," Appl. Phys. Lett. **61**, 2905 (1992).
[4]D. R. Rhiger, "Performance comparison of long-wavelength infrared type II superlattice devices with HgCdTe," J. Electron. Mater. **40**, 1815 (2011).
[5]E. A. Plis, "InAs/GaSb Type-II superlattice detectors," Adv. Electron. **2014**, 246769.
[6]D. Donetsky, S. P. Svensson, L. E. Vorobjev, and G. Belenky, "Carrier lifetime measurements in short-period InAs/GaSb strained-layer superlattice structures," Appl. Phys. Lett. **95**, 212104 (2009).
[7]L. M. Murray, K. S. Lokovic, B. V. Olson, A. Yildirim, T. F. Boggess, and J. P. Prineas, "Effects of growth rate variations on carrier lifetime and interface structure in InAs/GaSb superlattices," J. Cryst. Growth **386**, 194 (2014).
[8]B. C. Connelly, G D. Metcalfe, H. Shen, and M. Wraback, "Direct minority carrier lifetime measurements and recombination mechanisms in long-wave infrared type II superlattices using time-resolved photoluminescence," Appl. Phys. Lett. **97**, 251117 (2010).
[9]D. Donetsky, G. Belenky, S. Svensson, and S. Suchalkin, "Minority carrier lifetime in type-2 InAs-GaSb strained-layer superlattices and bulk HgCdTe materials," Appl. Phys. Lett. **97**, 052108 (2010).
[10]S. P. Svensson, D. Donetsky, D. Wang, H. Hier, F. J. Crowne, and G. Belenky, "Growth of type II strained layer superlattice, bulk InAs and GaSb materials for minority lifetime characterization," J. Cryst. Growth **334**, 103 (2011).
[11]B. C. Connelly, G. D. Metcalfe, H. Shen, M. Wraback, C. L. Canedy, I. Vurgaftman, J. S. Melinger, C. A. Affouda, E. M. Jackson, J. A. Nolde, J. R. Meyer, and E. H. Aifer, "Investigation of trap states in mid-wavelength infrared type II superlattices using time-resolved photoluminescence," J. Electron. Mater. **42**, 3203 (2013).
[12]B. Klein, N. Gautam, E. Plis, T. Schuler-Sandy, T. J. Rotter, and S. Krishna, "Carrier lifetime studies in midwave infrared type-II InAs/GaSb strained layer superlattice," J. Vac. Sci. Technol. B **32**, 02C101 (2014).
[13]J. Pellegrino and R. DeWames, "Minority carrier lifetime characteristics in type-II InAs/GaSb LWIR superlattice $n^+\pi p^+$ photodiodes," Proc. SPIE **7298**, 72981U (2009).
[14]D. Zuo, P. Qiao, D. Wasserman, and S. L. Chuang, "Direct observation of minority carrier lifetime improvement in InAs/GaSb type II superlattice photodiodes via interfacial layer control," Appl. Phys. Lett. **102**, 141107 (2013).
[15]B. V. Olson, E. A. Shaner, J. K. Kim, J. F. Klem, S. D. Hawkins, L. M. Murray, J. P. Prineas, M. E. Flatté, and T. F. Boggess, "Time-resolved optical measurements of minority carrier recombination in a mid-wave infrared InAsSb alloy and InAs/InAsSb superlattice," Appl. Phys. Lett. **101**, 092109 (2012).
[16]E. H. Steenbergen, B. C. Connelly, G. D. Metcalfe, H. Shen, M. Wraback, D. Lubyshev, Y. Qiu, J. M. Fastenau, A. W. K. Liu, S. Elhamri, O. O. Cellek, and Y.-H. Zhang, "Significantly improved minority carrier lifetime observed in a long-wavelength infrared III-V type-II superlattice comprised of InAs/InAsSb," Appl. Phys. Lett. **99**, 251110 (2011).
[17]T. Schuler-Sandy, S. Myers, B. Klein, N. Gautam, P. Ahirwar, Z.-B. Tian, T. Rotter, G. Balakrishnan, E. Plis, and S. Krishna, "Gallium free type II InAs/InAs × Sb 1-x superlattice photodetectors," Appl. Phys. Lett. **101**, 071111 (2012).
[18]P. C. Klipstein, Y. Livneh, A. Glozman, S. Grossman, O. Klin, N. Snapi, and E. Weiss, "Modeling InAs/GaSb and InAs/InAsSb superlattice infrared detectors," J. Electron. Mater. **43**, 2984 (2014).
[19]R. Taalat, J. B. Rodriguez, M. Delmas, and P. Christol, "Influence of the period thickness and composition on the electro-optical properties of

Reuse of AIP Publishing content is subject to the terms at: https://publishing.aip.org/authors/rights-and-permissions. Download to IP: 213.190.86.42 On: Mon, 09 May 2016 09:02:44

Journal of Crystal Growth 439 (2016) 33–39

Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Crystal Growth

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jcrysgro

X-ray diffraction study of GaSb grown by molecular beam epitaxy on silicon substrates

J.B. Rodriguez [a,b,*], K. Madiomanana [a,b], L. Cerutti [a,b], A. Castellano [a,b,c], E. Tournié [a,b,1]

[a] Université de Montpellier, IES, UMR 5214, F-34000 Montpellier, France
[b] CNRS, IES, UMR 5214, F-34000 Montpellier, France
[c] III–V Lab, Route de Nozay, F-91460 Marcoussis, France

ARTICLE INFO

Article history:
Received 16 November 2015
Received in revised form
5 January 2016
Accepted 9 January 2016
Communicated by H. Asahi
Available online 15 January 2016

Keywords:
A1. Heteroepitaxy
A1. X-ray diffraction
A2. Molecular beam epitaxy
B1. Antimonides
B1. Silicon substrate
B2. Semiconducting III–V materials

ABSTRACT

We report on the molecular beam epitaxy and characterization by X-ray diffraction techniques of GaSb layers grown on silicon substrates. AlSb and Al nucleation layers were used with different thicknesses and growth temperatures. Reciprocal space maps and a modified version of the Williamson-Hall analysis allowed for a characterization of the misfit dislocations properties. Finally, a post-growth annealing step is studied in order to further improve the material quality. Using this technique, a full-width-at-half-maximum of the GaSb peak of 235 arc sec was obtained for a layer thickness of 1 μm, which is comparable to the best results for GaAs or Ge on Si.

© 2016 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

Achieving hetero-epitaxy of III–V semiconductors on silicon substrate is of increasing interest as it would allow the realization of new photonics and microelectronics devices. Combining on the same chip the maturity of the CMOS technology to high-mobility and narrow band-gaps III–Vs, or the silicon photonics complex circuitry to III–V laser sources would indeed pave the way for a totally new generation of highly integrated devices. Although impressive results have been achieved using different types of bonding techniques, the epitaxy of the III–V material onto silicon remains the more attractive approach in terms of integration density and cost [1]. However, most of the III–V materials have a large lattice parameter mismatch with silicon; the thermal expansion coefficients are also significantly different and silicon is a non-polar material, which is of course not the case for III–Vs. For these reasons, III–V materials epitaxied on silicon generally exhibit a large density of defects such as threading dislocations, anti-phase boundaries (APD), micro-twins or cracks. In this context, the direct epitaxy of antimonide-based semiconductors appears promising and has already allowed demonstrating lasers operating in continuous-wave at room-temperature with a buffer thickness as low as 1 μm [2]. Although using these materials is not new, only a few papers have been published on the study and optimization of the nucleation steps and on the characterization of the grown material [3–7]. The general picture emerging from these studies is that an AlSb nucleation layer greatly improves the quality of GaSb buffers. The deposition of AlSb creates faceted islands at the surface of the silicon. These islands serves as nucleation sites for the subsequent growth of GaSb, and by decreasing the Ga diffusion length facilitates the transition towards a bi-dimensional GaSb layer [5,7]. The density and average size of the AlSb dots obviously depends on the growth conditions, and it is thus mandatory to exhaustively study their influence to maximize the beneficial effect on the GaSb layer quality. Micro-structure analysis also suggested that the strain relaxation process is mainly dominated by the formation of a well-organized array of edge dislocations located at the interface with the silicon substrate.

In this paper we report on X-ray diffraction analyses conducted on GaSb layers grown by molecular-beam-epitaxy on silicon substrates. Several growth conditions of the first steps of the epitaxy were explored, including various thicknesses and substrate temperatures of an AlSb nucleation layer. We also demonstrate that a good material quality can be achieved using a pure Al deposition before the GaSb growth. ω and $\omega-2\theta$ scans on a large variety of reflections together with reciprocal space maps of the GaSb layers were used to characterize the dislocation network. Finally, the

* Corresponding author at: Université de Montpellier, IES, UMR 5214, F-34000 Montpellier, France.
E-mail address: rodriguez@ies.univ-montp2.fr (J.B. Rodriguez).
[1] Member of Institut Universitaire de France (IUF).

http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2016.01.005
0022-0248/© 2016 Elsevier B.V. All rights reserved.

post-growth annealing of the samples is explored and shows a significant improvement of the GaSb layer quality.

2. Experimental details

The samples have been grown by molecular beam epitaxy (MBE) in a reactor equipped with valved cracker cells providing element-five fluxes. Substrate temperature was monitored by standard pyrometry, while the different growth rates were calibrated by means of reflection high energy electron diffraction (RHEED) oscillations on GaSb substrates. Growth rates were set to 0.65 ML/s for GaSb and 0.35 ML/s for AlSb. The antimony flux was kept constant for both the AlSb and GaSb layers, resulting in V/III ratios of 1.5 and 3 respectively. Quarters of 2 in. (001) silicon substrates with a 6° offcut towards the [110] direction were used. The substrates were first prepared using cycles of HF dip and oxygen plasma exposure to obtain a flat and perfectly clean surface prior to loading in the MBE. The substrates were then flash annealed up to 800 °C inside the MBE, without impinging flux, to remove residual impurities of the surface. More detail on both the ex-situ and in-situ preparation of the silicon substrates can be found in Ref. [8]. At the beginning of the AlSb epitaxy, RHEED showed a spotty pattern, indicating a three-dimensional growth, changing to a (1×3) reconstructed pattern after 50–100 nm of GaSb was deposited, depending on the growth conditions. High-resolution X-ray diffraction (HR-XRD) measurements were carried out using a PANalytical X'Pert^3 MRD equipped with a PIXcel^{1D} linear detector, a four bounce asymmetric Ge(220) monochromator and an X-ray tube providing Cu $K_{\alpha1}$ radiation. The ω and $\omega-2\theta$ scans were recorded with the PIXcell^{1D} in the open detector configuration which corresponds to a 2.5° aperture angle. A monochromator was added on the diffracted beam path for the triple-axis analysis. Reciprocal space maps were obtained with the same setup as for rocking curves in a grazing exit diffraction geometry on the $(\bar{2}\bar{2}4)$ peaks.

3. Results and discussion

3.1. Influence of the nucleation layer growth temperature and thickness on GaSb X-ray diffraction properties

The samples studied in this section comprise an AlSb nucleation layer, followed by a 50 nm thick layer of GaSb grown at the same temperature than the AlSb. The growth is then interrupted, and the substrate temperature is changed to 450 °C under Sb flux. A 450 nm thick GaSb layer is then deposited. Using this procedure, most of the GaSb buffer layer is grown in the same conditions for all the samples, allowing a fair comparison of the X-ray diffraction peak properties. The nucleation layer is encapsulated by the first 50 nm of GaSb before the substrate temperature change in order to limit any evolution of its morphology during this step. Finally, a quantum-well (QW) structure based on GaInAsSb QWs embedded in AlGaAsSb barriers is also grown. Photoluminescence data confirm the XRD trend. However, a detailed PL analysis is beyond the scope of this paper. Three sets of samples with the nucleation layer grown at 400, 450 and 500 °C have been studied. For each temperature, several samples with AlSb nucleation layer thicknesses from 0 to 150 monolayers (MLs) were grown. From XRD ω-scans (double crystal rocking curves with open detector), full-width-at-half-maximum (FWHM) of the (004) GaSb peaks were extracted and compared. The results are summarized in Fig. 1 showing the variation of the FWHM with the AlSb thickness for the three growth temperatures. A large variation of the FWHM can be observed confirming the importance of the growth conditions

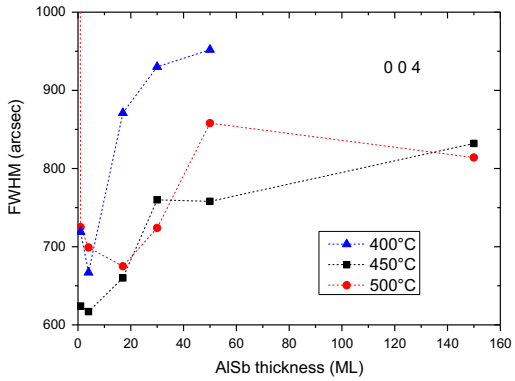

Fig. 1. Variation of the FWHM of the 004 GaSb peaks with the AlSb nominal thickness for different substrate temperature during the nucleation layer growth.

during the very first step of the nucleation on the material quality. First of all, the crucial role of AlSb is evident. For comparison sake, a GaSb layer was grown at 450 °C without any AlSb nucleation layer. The FWHM obtained for this sample was nearly 4200 arc sec whereas the samples with AlSb all resulted in FWHMs well below 1000 arc sec (the value for 0 ML is not shown in Fig. 1 for clarity sake), whatever the AlSb thickness. It is noticeable that the deposition of an AlSb nucleation layer as thin as 1 ML of AlSb before the GaSb buffer growth has already a drastic effect on the material quality, which is in agreement with previous reports.

The optimal AlSb thickness remains close for the three sets of samples and seems to slowly evolve from ~1–4 MLs at 400 °C to ~17 MLs at 500 °C. This latter value was also found to be the one giving the best material in reference [6], but the influence of the temperature on the optimal value was not explored, and it appears from our data that a substrate temperature of 450 °C is more favorable for the nucleation layer growth. For the three substrate temperatures explored in this study it is remarkable that the obtained data curves can all be decomposed in three different regions: the material quality first improves very rapidly, and then degrades very rapidly before becoming almost independent on the AlSb thickness. This is especially clear for the plot at 500 °C, and the different regions have been delimited in Fig. 2a. One possible explanation for this observation is that the GaSb layer quality strongly depends on both the AlSb dots density sitting on the silicon surface and on the number of coalescence of these dots. We describe in Fig. 2b what could be the main characteristics of the AlSb nucleation layer for each region. In the first region (e.g. when the nominal AlSb layer thickness is small), any additional AlSb deposited mainly results in an increase of the AlSb dot density. The number of nucleation sites for the GaSb growth also increases which improves the material quality. In this region, the number and size of AlSb dots increases, but the coalescence of dots is still a marginal process. By contrast, when the AlSb dot density has reached its maximum, increasing the AlSb nominal thickness will favor the coalescence of the dots. In this scenario, the optimum AlSb thickness thus corresponds to the situation where the maximum AlSb dot density has been reached, and the main process occurring in the second region (R2 in Fig. 2) is the coalescence of the AlSb dots. Once all the dots have coalesced, a two-dimensional layer of AlSb is formed and no more coalescence can occur (R3). The material quality in this region becomes dependent on other parameters such as the roughness or uniformity of the 2D AlSb layer for instance. The steep degradation of the FWHM in R2 implies that the defects created during the coalescence of the AlSb

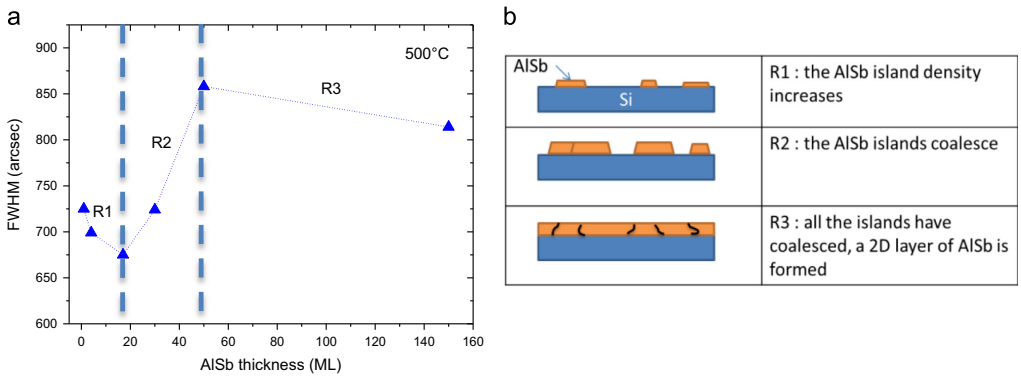

Fig. 2. Decomposition of the variation of the FWHM with AlSb nominal thickness at 500 °C in three regions (a), and possible AlSb configuration in the three regions (b).

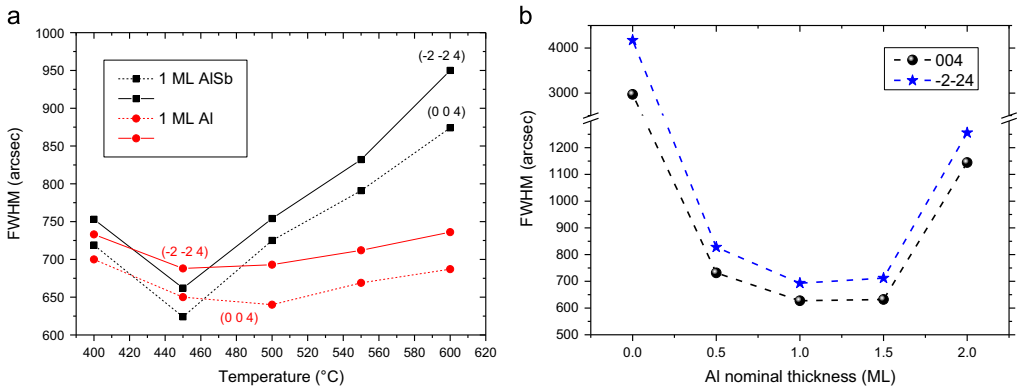

Fig. 3. Comparison of the FWHM of the GaSb peak when 1 ML of AlSb or pure Al is deposited prior to the GaSb growth (a); variation of the FWHM with the Al nominal thickness.

dots have a very negative impact on the quality of the upper layers, and must be avoided. In R1 and for a given nominal AlSb thickness, decreasing the substrate temperature results in an increase of the dot density and a decrease of the dots height. The maximum dot density is therefore reached for smaller nominal thicknesses of AlSb, and the optimal value is also smaller as the substrate temperature is decreased, which is coherent with our observation. The degradation observed for thicknesses above the optimal value is also steeper as the substrate temperature is decreased, which can be ascribed to the fact that the coalescence of the dots happens at a much faster rate at low temperature. In fact, at 400 °C the coalescence starts after a few MLs are deposited, and the 2D layer is completed within the first 20 MLs. By contrast, 5 nm of AlSb are needed at 500 °C for the dots to start coalescing and 15 nm before all the dots have coalesced due to the larger diffusion length of the atoms on the silicon surface.

3.2. Replacing AlSb by a pre-deposition of pure Al

AlSb has been traditionally used as a nucleation layer for the growth of GaSb on silicon. It was described in previous paragraphs that even a very small amount of AlSb is sufficient to drastically improve the GaSb quality. AlSb and GaSb have a common atom, antimony, and we can easily come to the natural conclusion that the beneficial effect of the AlSb has certainly to do with the presence of the Al atoms. In order to verify this statement, we have decided to explore the possibility to use a pure Al deposition before the growth of GaSb instead of the standard AlSb nucleation layer. Two sets of samples were grown comprising in both cases a 500 nm thick GaSb buffer layer (with again the first 50 nm grown at the same temperature than the nucleation layer and the upper 450 nm grown at 450 °C) and a QW stack grown at 450 °C. The only difference between the two sets was the nucleation layer composition, 1 ML of AlSb in one case and 1 ML of Al in the other. The nucleation layer was grown at various substrate temperatures in the 400–600 °C range. ω-Scans (double crystal rocking curves with open detector) were then recorded for the 004 and $\overline{224}$ reflections and the FWHM of the GaSb peak calculated. The result is shown in Fig. 3a displaying the FWHM versus the temperature for the AlSb and the Al nucleation layer. In the case of the AlSb nucleation layer, the data shows a clear optimum temperature close to 450 °C, with a FWHM on the 004 reflection of 625 arc sec. The most interesting feature that can be highlighted from this graph is the fact that Al alone is as efficient as AlSb as a nucleation layer. Indeed, the best result of the Al set is obtained at 500 °C, with a FWHM of 634 arc sec, within 10 arcsec of the best value of the AlSb set of samples. On the other hand, results at 450 and 500 °C are very close to each other in terms of FWHM for the Al

set, which is not the case for AlSb where a clear degradation of about 100 arcsec is observed. This makes the optimal growth parameters window for the Al nucleation layer far wider, which is particularly interesting from a practical point of view: the possible variations due to the V/III ratio are not relevant in this case, and there is a relative insensitivity to the substrate temperature in a range larger than 50 °C. The only remaining parameter is the nucleation layer thickness. An additional set of samples with nominal Al thicknesses of 0.5, 1, 1.5 and 2 MLs deposited at 500 °C was realized to get a better insight on the thickness dependence on the material quality. The variation of the FWHM in 004 and $\bar{2}\bar{2}4$ with the thickness is shown in Fig. 3b (*double crystal rocking curves with open detector*). Again, an impressive improvement is obtained with the deposition of only 0.5 ML of Al, with FWHM decreasing very rapidly from 4000 arcsec down to below 1000 arcsec. The best FWHM is obtained for 1 ML, but values measured for 1.5 ML are very close, with an optimal value probably in between those two values. The growth parameters window appears again sufficiently large for practical use, despite the absence of an element V during the nucleation layer growth.

In summary, both the AlSb and the pre-deposited pure Al layers significantly improve the GaSb material quality. The use of AlSb requires a more careful adjustment of the substrate temperature than Al, whose deposited nominal thickness has to be in the 0.5–1.5 ML range. By comparing the FWHM of the X-ray diffraction peaks of several samples grown with various AlSb thicknesses, we have identified three different regions and proposed a scenario that enables describing the AlSb layer configuration during the growth, and its effect on the GaSb layer quality. However, at this point, no information on the origin of the broadening of the X-ray peaks can be deduced based on the previous analysis. In Section 3.3, we show that this broadening can give us a better insight on the misfit dislocation properties.

3.3. Misfit dislocation properties

For analyzing the properties of the misfit dislocations by X-ray diffraction, we carried out a more in-depth study on a sample using the best configuration obtained previously at 500 °C with the AlSb nucleation layer. It thus comprises a 5 nm thick AlSb nucleation layer grown at 500 °C, and a 1 μm thick GaSb buffer was used. The $\omega-2\theta$ scan (*double crystal measurement with open detector*) of the 004 reflection is shown in Fig. 4. Both the GaSb and the Si peak are clearly visible on the experimental curve. The

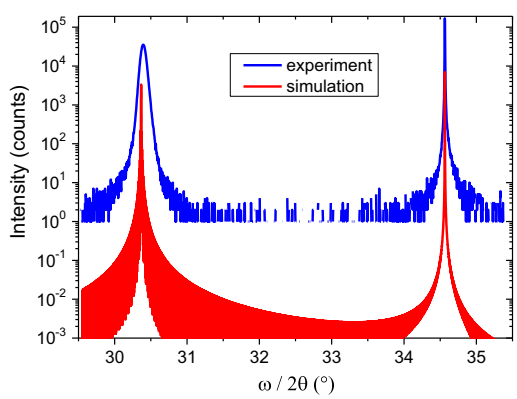

Fig. 4. Experimental (blue) and simulated (red) 004 $\omega-2\theta$ scan.(For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to t-the web version of this article.)

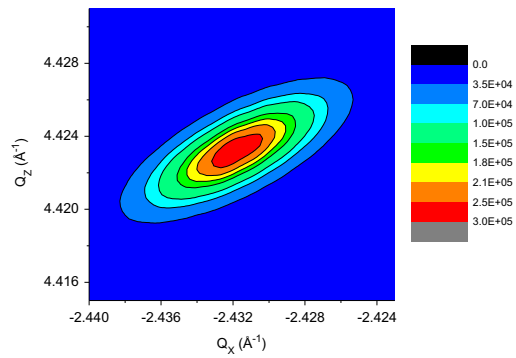

Fig. 5. Reciprocal space map of the $\bar{2}\bar{2}4$ GaSb peak.

simulated curve for a fully relaxed layer of GaSb is also shown in red. The mismatch between simulated and experimental GaSb peak position corresponds to a residual tensile in-plane strain of about 0.1%, ascribed to the difference of thermal contraction of GaSb and Si, when the sample is cooled down from growth to room temperature.

The reciprocal space map of the $\bar{2}\bar{2}4$ reflection of the GaSb peak is shown in Fig. 5. In this figure, Q_x and Q_z are the reciprocal lattice coordinates of the reciprocal lattice vector Q. They can be expressed in terms of ω and 2θ using $Q_x=\frac{2\pi}{\lambda}[\cos(\omega)-\cos(2\theta-\omega)]$ and $Q_z=\frac{2\pi}{\lambda}[\sin(\omega)+\sin(2\theta-\omega)]$, where λ is the wavelength of the copper $k_{\alpha 1}$ line used by the diffractometer. As expected from such a mismatched heteroepitaxial layer [9], the diffraction peak has an elliptical shape, and the FWHM in the in-plane (Q_x) and growth (Q_z) directions can be extracted. The ratio of these FWHM values ($\Delta Q_z/\Delta Q_x$) was suggested to be characteristic of the type of dislocations existing at the interface [9]. In this particular case, we found $\Delta Q_z/\Delta Q_x \sim 0.6$, which, according to the theory, is the signature of the predominance of 90° dislocations at the interface (60° dislocations would result in a ratio close to 0.3).

A more detailed analysis of the misfit dislocation network at the interface can be obtained using a modified version of the so-called Williamson-Hall plot [10]. In this analysis, the diffraction peak broadening (Δq) is related to the intrinsic properties of the misfit dislocation network, namely the spacing between the dislocations and the uniformity of this value, and finally the type of dislocations populating this network. This relationship can be written as

$$\Delta q = K\sqrt{\frac{\gamma\rho}{d,}} \tag{1}$$

where d is the layer thickness, ρ is the dislocation density and γ is a correlation factor corresponding to the mean variation of the spacing between the dislocations. K is a coefficient which depends on the reflection orientation, the type of dislocation and the type of set-up configuration used (triple or double axis). The coefficient K can be calculated for 60° and edge dislocations for any orientation, or found in the literature [10,11]. In the present study, the 002, 004, 006, 115, $\bar{1}\bar{1}5$, 117, $\bar{1}\bar{1}7$, $\bar{2}\bar{2}4$, 335 and $\bar{3}\bar{3}5$ reflections were measured in both the double and triple axis geometry of the diffractometer. The FWHM of the GaSb peaks were extracted from the ω and $\omega-2\theta$ scans, and the value expressed in reciprocal space units. Finally, the broadening was plotted against the value of K corresponding to the measurement orientation. Fig. 6a shows the result when the K values for 60° dislocations are used, whereas the K values for edge dislocations are considered in Fig. 6b.

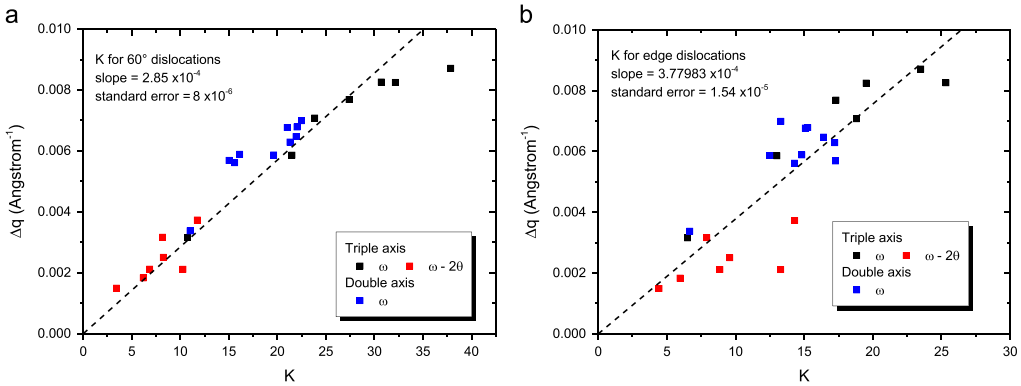

Fig. 6. Modified Williamson-Hall plot using K values for 60° dislocations (a) and 90° dislocations (b).

In both cases the data points fall reasonably well on a common straight line, although the alignment appears to be better in the case of K values for 60° dislocations. This seems to indicate that the dislocation population in the interfacial network is of mixed type, i.e. both 60° and edge dislocations coexist in the network. Indeed, if only one type of dislocation was involved in the peak broadening, one would obtain a perfect alignment for one type of dislocation and no linear dependence for the other, which is not the case here. This observation mitigates the analysis of the $\bar{2}\,\bar{2}4$ GaSb peak reciprocal space map (leading to the conclusion that edge dislocations are predominant), but is probably the most accurate given the large number of different reflections considered here. The linear fit of the data points in Fig. 6a gives a slope of 2.85×10^{-4}, which is equal to $\sqrt{\frac{\gamma\rho}{d}}$ according to Eq. (1). This result can be understood following the interpretation given in reference [11] reporting results obtained for GaAs on Si hetero-epitaxy. In this paper, the authors consider a regular network of edge dislocations in which randomly positioned 60° dislocations exist and are the main cause for the broadening of the reflection peak. The effect of the periodic array of edge dislocations on the peak broadening can indeed be considered here as negligible: when the ordering of such an array is close to perfection, it produces non-uniform strain in a layer of a few nanometers thick, which are orders of magnitude thinner than the total film thickness. Nevertheless, edge dislocations accommodate twice as much misfit strain than the 60° dislocations, and such a periodic array is therefore the main contributor to the strain relaxation. The same hypothesis (a regular array of edge dislocations coexisting with random 60°) was made in the case described here. A random distribution of dislocations corresponds to a situation where $\gamma = 1$, which allows calculating the 60° dislocation density. Based on the slope extracted from Fig. 1a, a linear density of 60° dislocations of $8.1 \times 10^4\ \mathrm{cm}^{-1}$ is calculated for a GaSb layer thickness of 1 μm. On the other hand, in the absence of edge dislocations, the density of 60° dislocations required to completely relax the mismatch between GaSb and Si can be estimated by f/b, where f is the mismatch ($(a_{GaSb} - a_{Si})/a_{Si}$) and b is the Burger's vector component along the interface. A layer completely relaxed by 60° dislocations would thus have a linear density of about $4 \times 10^6\ \mathrm{cm}^{-1}$. From the fitting of the data in Fig. 5a, and according to this analysis, we can thus estimate that the 60° dislocations are only responsible for 2% of the total relaxation, which is extremely low, considering that similar experience conducted for the GaAs/Si case (despite a significantly smaller mismatch than for GaSb on Si) has led to values comprised between 9% and 26% depending on the substrate miscut angle [11].

A second interpretation of these results can be made by fitting the data points in Fig. 6b, and was previously used by Reyner et al. [12] for the study of the edge dislocation network at the GaSb on GaAs interface. In this approach, only 90° dislocations are considered, and the perfection of the network is determined by evaluating the γ factor in Eq. (1). In the case of GaSb on Si, the f/b relationship gives a density of $\rho = 2.8 \times 10^6\ \mathrm{cm}^{-1}$ to completely relax the strain inside the GaSb layer by a network of edge dislocations having a spacing of 3.5 nm. The slope extracted from data in Fig. 5b (3.78×10^{-4}) can again be compared to $\sqrt{\frac{\gamma\rho}{d}}$, which leads to a spatial correlation factor $\gamma = 0.05$. The average variation of the distance between two adjacent dislocations can thus be estimated to be close to 5%, which indicates a relatively well arranged interfacial network of edge dislocations, although the value we found is larger than in the GaSb on GaAs case (~1.5% [12]), which is a system known to have the best ordering of the misfit dislocation array [13]. This higher value is probably due to the larger lattice mismatch or to a different nucleation mechanism. An analysis mixing both kind of dislocation could be done [14], but would be far more complex. In the two approaches developed above, we have considered that the X-ray peak broadening resulted from only one kind of dislocation at a time. In fact, both of them certainly participate to the broadening, and the numbers we found are thus likely to be upper limit values.

3.4. Post-growth annealing

Annealing of highly mismatched hetero-epitaxial structures has been known for a long time to be an efficient way of improving the material quality [15,16]. Reduction of the dislocation density arises due to their annihilation caused by the dislocation movement and coalescence at high temperature.

To study the effect of annealing on the GaSb/AlSb on Si hetero-epitaxial structures, a set of samples with a 5 nm thick AlSb nucleation layer grown at 500 °C and a GaSb layer with thicknesses of 0.1, 0.2, 0.5 and 1 μm also grown at 500 °C was realized. X-ray rocking curves (*double crystal measurement with open detector*) have been measured on as-grown samples, which were then reloaded in the MBE reactor for annealing at 550 °C under Sb flux during 30 min. The process was repeated, and rocking curves measured after 30 min, 1 and 2 h total annealing time. The evolution of the 004 GaSb peak FWHM with the annealing duration is shown in Fig. 7a, for the four GaSb layer thicknesses considered. In each case, one can observe an improvement of the material quality thanks to the annealing. The FWHM first decreases and then starts leveling off, after a duration that visibly depends on the layer

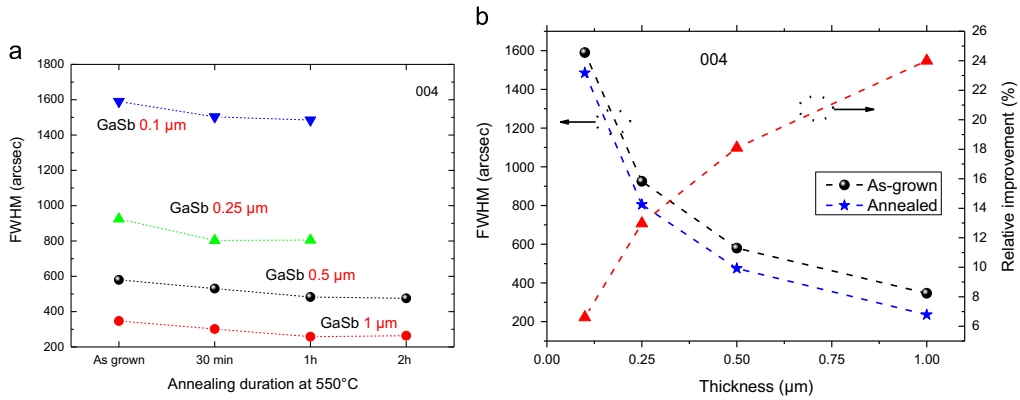

Fig. 7. Variation of the FWHM with the annealing duration for different GaSb layer thicknesses (a); comparison of the FWHM improvement versus the GaSb thickness (b).

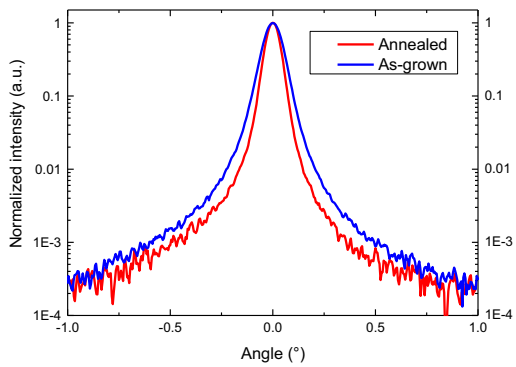

Fig. 8. 004 ω-scans before and after annealing at 550 °C.

thickness. While the annealing of thinner samples can be considered complete after about 30 min, it takes about twice this duration in the case of 0.5 and 1 µm thick samples. A comparison of the results before and after complete annealing is displayed in Fig. 7b. The improvement brought by the annealing increases with the GaSb layer initial thickness, from a reduction of about 7% of the FWHM for the thinnest sample to about 24% for the 1 µm thick layer. Therefore, while an annealing step at the initial stage of the buffer growth seems to only have a marginal effect on the material quality, the improvement becomes quite significant for thicker buffer layers.

Finally, the ω-scans (*double crystal measurement with open detector*) measured on the 1 µm thick sample before and after annealing are compared in Fig. 8. After a complete annealing process, this sample exhibits an excellent FWHM of 235 arcsec, down from the 347 arcsec measured on the as-grown sample. For comparison sake, one can refer to the review paper by Bolkhovityanov et al. presenting the best results obtained in the Ge on Si hetero-epitaxy case (Figure 10 of Ref. [17]). The general trend gives FWHM values for Ge layers of similar thickness (1 µm) grown on Si close to 200 arcsec, and the best result approaches 160 arsec [18]. The direct hetero-epitaxy of GaAs films on Si is also widely documented in the literature. The lattice-mismatch in this case is similar to the growth of Ge on Si, and the best results obtained to date show FWHM of the 004 peaks close to 200 arcsec for a 1 µm thick layer [19]. Despite a much larger lattice mismatch (about 13% compared to about 4%), the FWHM we obtained is thus surprisingly close to state-of-the-art Ge or GaAs on Si. Regarding GaSb on Si, the best result to our knowledge was obtained by Akahane et al. using a similar nucleation layer [6]. A FWHM of 215 arcsec was demonstrated but this value corresponded to a much thicker GaSb layer (2.5 µm instead of 1 µm in our case). Finally, atomic force microscopy carried out on all samples revealed RMS roughness in the 2–10 nm range, without any clear relationship with the XRD FWHM.

4. Conclusion

In conclusion, we have studied by X-ray diffraction GaSb layers grown on silicon substrates by MBE. An AlSb nucleation layer was used to improve the material quality, and several thicknesses and growth temperature were explored to get a better insight on their influence on the GaSb layer quality. We found that a thin (4 MLs) AlSb layer deposited at 450 °C gives the narrowest X-ray diffraction peaks. These results could possibly be further improved by studying the influence of the V/III ratio used during the deposition of the nucleation layer. This parameter certainly impacts the morphology of the AlSb layer and thus the material quality of the subsequently grown layers, and will be explored in future work. We also proposed that the GaSb layer quality depends upon the density of AlSb islands, which improves the GaSb growth by acting as nucleation sites. However, according to our interpretation, the coalescence of the AlSb islands results in the degradation of the GaSb quality, and the best results are thus obtained when the AlSb island density is maximum, just before they start to coalesce. Transmission electron microscopy (TEM) studies will have to be carried out to consolidate this hypothesis. TEM could also provide a better insight on the nature of the interaction between Al and Si during the nucleation (formation of a uniform Al–Si layer, islanding or formation of a eutectic, etc). Analyzing the FWHM of the GaSb diffraction peaks measured on several plane families, we were able to give a preliminary description of the nature of the misfit dislocations. We also studied the use of an Al layer before the GaSb growth and found that it is as efficient as AlSb. Interestingly enough, the results indicate that the quality of the GaSb layer grown using this Al layer is less dependent on the growth temperature, and can be achieved within a reasonable thickness range, making it an attractive alternative to AlSb. The positive effect of post-growth annealing was also demonstrated, and a 1 µm thick GaSb layer with an X-ray peak FWHM of 235 arcsec was obtained using this technique. This FWHM is comparable to the

values obtained with other materials having a smaller lattice-mismatch with silicon (GaAs or Ge for example).

Acknowledgments

This work has been partly supported by ANR under Projects OPTOSi (ANR-12-BS03-002) and ANTIPODE (ANR-14-CE26-0014), and by the French "Investment for the Future" Program (EquipEx EXTRA, ANR-11-EQPX-0016). The help and guidance of V.M. Kaganer regarding the analysis of the data presented in this paper is greatly acknowledged. The authors also acknowledge C. Cornet and A. Letoublon, FOTON-INSA Rennes, and L. Largeau and G. Patriarche, LPN-Marcoussis for useful discussions. E.T. acknowledges support from Institut Universitaire de France (IUF).

References

[1] Nick H. Julian, Phil A. Mages, Chong Zhang, John E. Bowers, Improvements in epitaxial lateral overgrowth of InP by MOVPE, J. Cryst. Growth 402 (2014) 234–242, http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2014.05.026.
[2] J.R. Reboul, L. Cerutti, J.B. Rodriguez, P. Grech, E. Tournié, Continuous-wave operation above room temperature of GaSb-based laser diodes grown on Si, Appl. Phys. Lett. 99 (2011) 121113.
[3] G. Balakrishnan, S. Huang, L.R. Dawson, Y.-C. Xin, P. Conlin, D.L. Huffaker, Growth mechanisms of highly mismatched AlSb on a Si substrate, Appl. Phys. Lett. 86 (3) (2005) 034105, http://dx.doi.org/10.1063/1.1850611.
[4] Y.H. Kim, J.Y. Lee, Y.G. Noh, M.D. Kim, S.M. Cho, Y.J. Kwon, J.E. Oh, Appl. Phys. Lett. 88 (2006) 241907.
[5] K. Akahane, N. Yamamoto, S. Gozu, A. Ueta, N. Ohtani, Initial growth stage of GaSb on Si(001) substrates with AlSb initiation layers, J. Cryst. Growth 283 (2005) 297–302.
[6] K. Akahane, N. Yamamoto, S. Gozu, N. Ohtani, Heteroepitaxial growth of GaSb on Si (001) substrates, J. Cryst. Growth 264 (2004) 21–25.
[7] S.H. Vajargah, S.G. Tavakoli, J.S. Preston, R.N. Kleiman, G.A. Botton, Growth mechanisms of GaSb heteroepitaxial films on Si with an AlSb buffer layer, J. Appl. Phys. 114 (2013) 113101.
[8] K. Madiomanana, M. Bahri, J.B. Rodriguez, L. Largeau, L. Cerutti, O. Mauguin, A. Castellano, G. Patriarche, E. Tournié, Silicon surface preparation for III–V molecular beam epitaxy, J. Cryst. Growth 413 (2015) 17–24, http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2014.12.004.
[9] V.M. Kaganer, R. Kohler, M. Scmidbauer, R. Opitz, X-ray diffraction peaks due to misfit dislocations in heteroepitaxial structures, Phys. Rev. B 55 (1997) 1793–1810.
[10] V.M. Kaganer, A. Shalimov, J. Bak-Misiuk, K.H. Ploog, X-ray diffraction peaks from misfit dislocations in double and triple-crystal diffractometry, Phys. Status Solidi A 204 (8) (2007) 2561–2566.
[11] A. Shalimov, J. Bak-Misiuk, V.M. Kaganer, M. Calamiotou, A. Georgakilas, Strain nonuniformity in GaAs heteroepitaxial films on Si(001) studied by x-ray diffraction, J. Appl. Phys. 101 (2007) 013517.
[12] C.J. Reyner, J. Wang, K. Nunna, A. Lin, B. Liang, M.S. Goorsky, D.L. Huffaker, Characterization of GaSb/GaAs interfacial misfit arrays using x-ray diffraction, Appl. Phys. Lett. 99 (2011) 231906.
[13] A.Y. Babkevich, R.A. Cowley, N.J. Mason, S. Weller, A. Stunault, X-ray scattering from dislocation arrays in GaSb, J. Phys.: Condens. Matter 14 (2002) 1305–13528.
[14] A. Benediktovitch, A. Zhylik, T. Ulyanenkova, M. Myronov, A. Ulyanenkov, Characterization of dislocations in germanium layers grown on (011)- and (111)-oriented silicon by coplanar and noncoplanar X-ray diffraction, J. Appl. Cryst. 48 (2015) 655–665.
[15] J.E. Ayers, L.J. Showalter, S.K. Ghandhi, Post-growth thermal annealing of GaAs on Si(001) grown by organometallic vapor phase epitaxy, J. Cryst. Growth 125 (1992) 329–335.
[16] M. Yamaguchi, M. Tachikawa, Y. Itoh, M. Sugo, S. Kondo, Thermal annealing effects of defect reduction in GaAs on Si substrates, J. Appl. Phys. 68 (1990) 4518.
[17] Y.B. Bolkhovityanov, L.V. Sokolov, Ge-on-Si films obtained by epitaxial growing: edge dislocations and their participation in plastic relaxation, Semicond . Sci. Technol. 27 (2012) 043001.
[18] K.W. Shin, H.-W. Kim, J. Kim, C. Yang, S. Lee, E. Yoon, The effect of low temperature buffer layer on the growth of pure Ge on Si(001), Thin Solid Films 518 (22) (2010) 6496–6499.
[19] Y.B. Bolkhovityanov, O.P. Pchelyakov, GaAs epitaxy on Si substrates: modern status of research and engineering, Physics-Uspekhi 51 (5) (2008) 437–456.

www.nature.com/scientificreports

SCIENTIFIC REPORTS

OPEN

Quantum cascade lasers grown on silicon

Hoang Nguyen-Van[1], Alexei N. Baranov[1], Zeineb Loghmari[1], Laurent Cerutti[1], Jean-Baptiste Rodriguez[1], Julie Tournet[1], Gregoire Narcy[1], Guilhem Boissier[1], Gilles Patriarche[2], Michael Bahriz[1], Eric Tournié[1] & Roland Teissier[1]

Received: 13 February 2018
Accepted: 27 March 2018
Published online: 08 May 2018

Technological platforms offering efficient integration of III-V semiconductor lasers with silicon electronics are eagerly awaited by industry. The availability of optoelectronic circuits combining III-V light sources with Si-based photonic and electronic components in a single chip will enable, in particular, the development of ultra-compact spectroscopic systems for mass scale applications. The first circuits of such type were fabricated using heterogeneous integration of semiconductor lasers by bonding the III-V chips onto silicon substrates. Direct epitaxial growth of interband III-V laser diodes on silicon substrates has also been reported, whereas intersubband emitters grown on Si have not yet been demonstrated. We report the first quantum cascade lasers (QCLs) directly grown on a silicon substrate. These InAs/AlSb QCLs grown on Si exhibit high performances, comparable with those of the devices fabricated on their native InAs substrate. The lasers emit near 11 µm, the longest emission wavelength of any laser integrated on Si. Given the wavelength range reachable with InAs/AlSb QCLs, these results open the way to the development of a wide variety of integrated sensors.

The 20th Century has seen unparalleled success of the silicon-based microelectronics industry, whereas the 21st Century is witnessing the explosion of photonics. Silicon photonics lies at the convergence of both fields and promises to be the next disruptive technology for integrated circuits[1]. This however requires that the whole set of optoelectronics functions be integrated onto a Si platform. While various Si-based modulators and photodetectors have already been demonstrated[2–5], integrated light sources have for long remained a challenge[6]. Silicon-based sources would straight away bridge the gap but the indirect bandgap of Si or Ge is a severe limitation and, in spite of unquestionable advances[7–10], such devices will not outperform in the foreseeable future their III-V semiconductor counterparts which remain the most efficient semiconductor laser technology. Much work has thus been devoted in the last decade to integrating III-V laser diodes on Si platforms for telecom applications. Impressive results have been achieved in the visible to near infrared wavelength range by both heterogeneous integration, where III-V materials are bonded to silicon[11–14], and direct epitaxial growth of III-V laser diodes on Si substrates[15–20]. In parallel, extending silicon photonics toward the mid-infrared (MIR) wavelength spectral region (2–20 µm) has emerged as a new frontier[21]. Indeed, most molecules exhibit absorption fingerprints in the MIR range[22], which is of crucial interest for societal applications such as health diagnostics, detection of biological and organic compounds, monitoring of toxic gases or of greenhouse gas emission, to name but a few. MIR Si photonics could thus lead to integrated, compact, cost-effective, smart spectroscopy instruments[21,23]. Several groups have already demonstrated MIR platforms at different wavelengths using various Si-based technologies[24–29]. Frequency combs have been shown spanning near- to mid-infrared wavelengths on silicon[30–32]. The availability of integrated MIR light sources is now the remaining key element to be unlocked for developing a large portfolio of sensing systems.

We have described the epitaxial integration of GaSb-based laser diodes emitting in the continuous wave (cw) regime near room temperature (RT) at 2 µm[33]. Lasing near 2.2 µm at cryogenic temperatures has been obtained under optical pumping in direct bandgap GeSn layers epitaxially grown on thick virtual Ge/Si substrates[34]. These two publications are the only reports of the epitaxial integration of a MIR semiconductor laser on Si. More recently, heterogeneously integrated InP-based type II laser diodes have been demonstrated to operate in pulsed mode at RT near 2.4 µm[35]. Finally, InP-based quantum cascade lasers (QCLs) have been heterogeneously integrated on Si and laser emission in the pulsed regime has been achieved at room temperature near 4.8 µm[36]. This remains the only report of the integration of a QCL on Si and no QCLs directly grown on Si have been reported to

[1]IES, University of Montpellier, CNRS, Montpellier, France. [2]Centre for Nanosciences and Nanotechnology, CNRS, University Paris-Sud, Marcoussis, France. Correspondence and requests for materials should be addressed to A.N.B. (email: baranov@univ-montp2.fr)

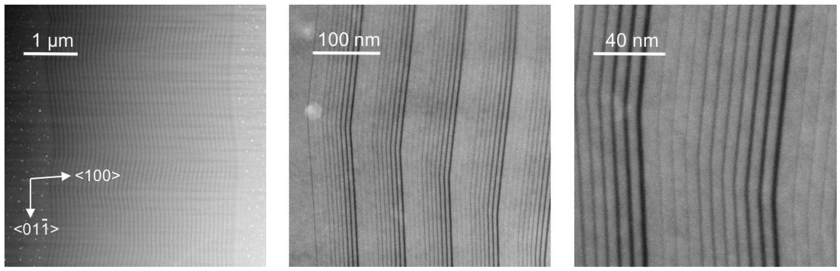

Figure 1. High angle annular dark field STEM images of the QCL active zone grown on Si at different magnifications. Dark regions correspond to AlSb layers. The substrate is on the left.

date. The QCL technology however exhibits a number of advantages making it extremely attractive for developing integrated MIR sensing systems: it allows emission from ~3 µm up to the THz wavelength range by a proper design of the laser structure[37,38], this is the most energetically efficient laser technology[39,40], it supports frequency combs[41]. Integrating QCLs on Si is thus a crucial challenge on the way to smart sensing systems.

Due to the high conduction band offset and the small electron effective mass the InAs/AlSb material family is very attractive for use in QCLs. With these materials we have demonstrated lasers with record performances, such as QCLs operating in the cw regime at RT above 15 µm – the longest RT cw emission wavelength of semiconductor lasers[42], and pulsed QCLs operating above RT at 20 µm – the longest emission wavelength of semiconductor lasers at RT[43]. In this work, we present InAs/AlSb QCLs grown by molecular beam epitaxy (MBE) on a Si substrate and we compare them with similar devices grown side-by-side on their native InAs substrate. We suppose that modifications of the III-V QCL performances due to the growth on a nonpolar group-IV element substrate with a large lattice mismatch do not depend much on the emission wavelength of the device. For this demonstration we have chosen to fabricate a laser emitting at 11 µm, a central wavelength in the MIR.

QCL design and epitaxial growth

The active zone of the QCL designed to emit at 11 µm was based on a design with vertical transitions in four coupled quantum wells. It consisted of 40 repetitions of the following layer sequence: **21**/96/**2.8**/76/**2.9**/73/**3**/70/**6**/64/**7**/62/7/58/**9**/<u>57</u>/**14**/<u>56</u>/**17**/55, in Å and starting from the injection barrier, where AlSb layers are in bold and the Si-doped layers ($n = 4 \times 10^{16}$ cm^{-3}) are underlined. The total electron sheet density in the structure, taking into account a typical level of residual doping of $n = 5 \times 10^{15}$ cm^{-3} in our materials, is considered to be 8×10^{10} cm^{-2} per period. A plasmon enhanced dielectric waveguide of the laser was formed by 2-µm-thick cladding layers made of n -InAs doped with Si to 2×10^{18} cm^{-3}. In order to reduce the overlap of the guided mode with the absorbing doped material and to minimize the propagation losses the active zone with a total thickness of 3 µm was separated from the cladding layers by 2.5-µm-thick undoped InAs spacers. The electromagnetic modelling of the guided modes, using a finite element solver, gives an overlap of the fundamental mode with the active region $\Gamma = 56\%$ and the waveguide loss $\alpha_w = 3$ cm^{-1} (not including losses in the active region).

The structure was grown simultaneously on two 2″ substrates. The first one was a n-InAs (100) substrate usually employed to grow InAs/AlSb QCLs. Devices fabricated from this wafer were used as a reference. The second substrate was a (100) silicon substrate with a 6° miscut towards the [110] direction. The 6° misfit was chosen to limit the formation of anti-phase domains appearing during the growth of III-V materials on non-polar group IV substrates[44].

Figure 1 presents scanning transmission electron microscopy (STEM) images of the QCL active zone grown on Si taken in the high angle annular dark field regime (HAADF) at different magnifications. These pictures show that the growth was not planar, the epitaxial layers exhibit a wavy behavior. A characteristic lateral size of these undulations is about 2–3 µm. Such "long" period cannot be explained by the steps formed by deviation of the growth plane from the exact crystallographic direction. The 6° miscut of the used Si substrate corresponds to 3-nm-long atomic steps. Step bunching aggregating many individual steps could in principle result in such spatial modulation but it is generally accompanied by abrupt periodic shifts of the position of epitaxial layers, which is not observed here. All layers are perfectly continuous along the active zone and even the thinnest AlSb barriers are clearly visible at high magnification. We explain the observed non-planarity of the growth by a modulation of the growth rate by the strain field around the dislocations arising from relaxation of the high lattice mismatch (~11.5%) between the Si substrate and the InAs-based structure. The dislocation density corresponding to the characteristic size of the spatial undulations can be estimated to be in the range $(1–3) \times 10^7$ cm^{-2}. The main part of the thickness modulation was accumulated during the growth of the thick InAs layers beneath the active zone. As a result, the thickness of the epitaxial layers is not constant along the growth plane because of these spatial fluctuations of the growth rate. The variation of the layer thickness estimated from the STEM images in the active zone reached maximum values of 9% for individual QWs and 7% for the total active zone thickness (h_{AZ}). The standard deviation of h_{AZ}, extracted from a 10 µm long lateral section, is 1.8%.

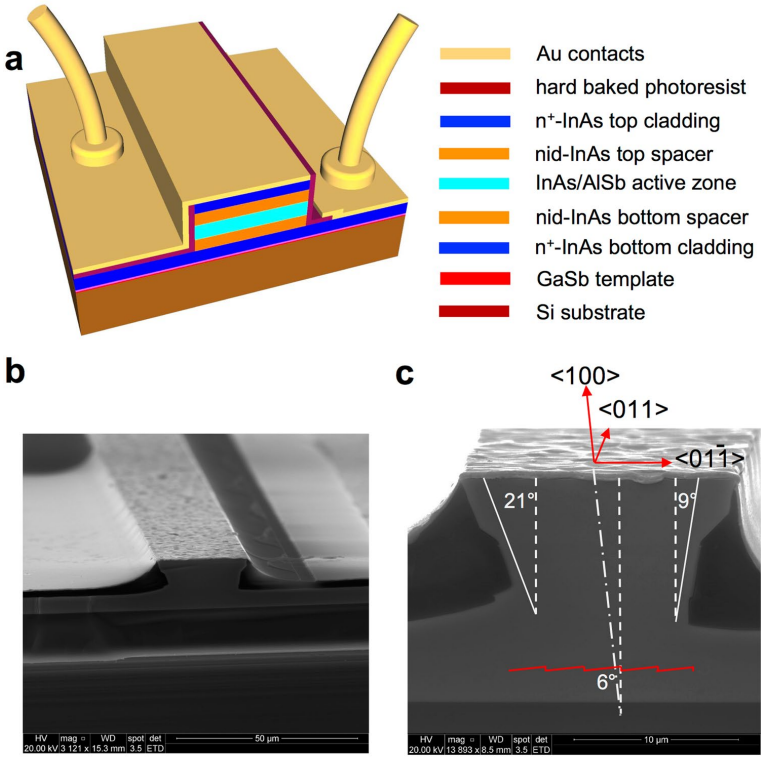

Figure 2. Schematic and SEM photographs of the fabricated lasers. (**a**) Schematic of ridge lasers fabricated on the Si substrate. Different materials and layers are denoted in the order of their appearance in the structure by the color code shown in the right. (**b**) SEM image of the fully processed wafer. Contact pads correspond to the scheme presented in Fig. 1a. (**c**) SEM image of the cleaved facet of the laser demonstrating an asymmetric shape of the ridge formed by anisotropic wet etching of the misoriented structure. Crystallographic directions and a schematic of atomic plane steps induced by the miscut of the substrate are also shown.

Device fabrication

The as-grown wafers were processed into ridge lasers using wet etching and conventional UV photolithography. The ridge width w varied between 10 and 22 µm. Electrical insulation was provided by hard baked photoresist. After processing, the substrates were thinned down to 100–150 µm (InAs substrate) or 50 µm (Si substrate) by mechanical polishing. On both wafers the laser ridges were etched down to the bottom n^+-InAs cladding layer. In the sample grown on InAs, electrical contacts were fabricated on the top of the ridges and on the back side of the substrate. In the structure grown on Si, both contacts were formed on the top of the wafer. The contacts to the devices were made using non-alloyed Ti/Au metallization. The schematic of ridge lasers fabricated on the Si substrate is shown in Fig. 2a and a scanning electron microscope (SEM) image of the processed wafer is presented in Fig. 2b. The first cladding layer served as a bottom electrical contact (right part of the ridges shown in Fig. 2).

The top contact pad was placed on the opposite side of the ridges. The ridges were oriented along the <011> direction and the atomic plane steps of the epitaxial layers produced by the misorientation of the substrate formed a staircase running perpendicularly to the ridge axis, which is shown schematically in Fig. 2c. The ridge profile was asymmetric due to the anisotropic wet chemical etching of the misoriented structure. The asymmetry of the ridge shape corresponds to the 6° miscut of the Si substrate. For both types of lasers, the ridge width was measured on the cleaved facet in the middle of the active zone clearly visible due to the etching selectivity. Laser chips with cleaved Fabry-Perot resonators and uncoated facets were soldered epi-side up onto copper heatsinks using indium. No special selection was made to choose the devices for this study.

Results

QCLs grown on InAs exhibited RT pulsed threshold current densities J_{th} as low as 1.03 kA/cm^2 and peak optical powers exceeding 100 mW/facet for the longest, 3.5-mm-long, devices. The threshold current density increased up to 2.4 kA/cm^2 in the shortest, 0.6-mm-long lasers. Voltage-current and light-current characteristics of the lasers grown on InAs are shown in Fig. 3a. QCLs grown on Si also showed similar high performances. The

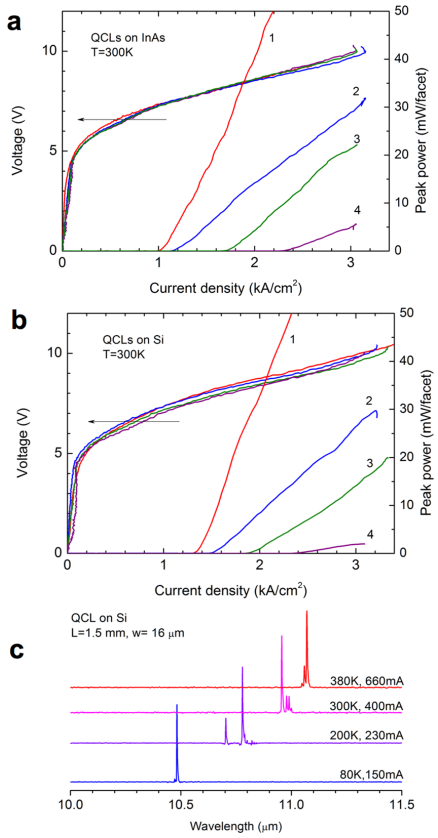

Figure 3. Characteristics of the studied QCLs. L – resonator length, w – ridge width. (**a**) Voltage-current and light-current characteristics of QCLs grown on InAs. 1 – L = 3.5 mm, w = 21 μm; 2 – L = 2.3 mm, w = 14 μm; 3 – L = 1.2 mm, w = 17 μm; 4 – L = 0.7 mm, w = 17 μm. (**b**) Voltage-current and light-current characteristics of QCLs grown on Si. 1 – L = 3.0 mm, w = 20 μm; 2 – L = 1.5 mm, w = 16 μm; 3 – L = 1.15 mm, w = 15 μm; 4 – L = 0.6 mm, w = 14 μm. (**c**) Emission spectra of a QCL grown on Si measured at different temperatures.

3-mm-long devices demonstrated J_{th} only 30% higher than that of the lasers grown on InAs (Fig. 3b). Moreover, in the short devices J_{th} was the same or even lower than in the reference QCLs. The slope of the light-current curves was also comparable in both types of lasers. The maximum available current density J_{max}, corresponding to the loss of alignment of the injector and the upper level of the lasing transition at high electric fields, was (3.1–3.4) kA/cm^2 in the QCLs grown on Si and (3.0–3.1) kA/cm^2 in the reference lasers. The higher values of J_{max} can be due to the error in measuring the effective width of the asymmetric ridges, which would result in underestimation of the device surface. It should be noted that in this case J_{th} of the lasers grown on Si would be slightly overvalued. Another reason could be a higher doping level in the structure grown on the misoriented Si substrate. Both types of lasers emitted near 11 μm at room temperature. The evolution of emission spectra with temperature is shown in Fig. 3c for a laser grown on Si. The QCL emission wavelength typically increased from 10.5 μm at 80 K to 11.1 μm at 380 K.

Figure 4a presents voltage-current and light-current characteristics of a 3-mm-long laser grown on Si measured between 80 and 380 K. The temperature dependence of J_{th} for this laser is shown in red in Fig. 4b. The threshold current density increased slowly with temperature between 80 and 160 K whereas above 180 K its temperature dependence was exponential with a characteristic temperature $T_0 = 150$ K. Figure 4b shows also the data for a reference laser (in blue). They demonstrated a similar temperature behavior but J_{th} increased however a little faster in the exponential part of the curve, with a characteristic temperature $T_0 = 145$ K.

We measured a large number of devices with different dimensions. The threshold current density of the wide lasers decreased by about 20% compared with narrow devices when the ridge width varied in the range of 10–20 μm. The higher J_{th} in narrow QCLs is due to a larger overlap of the optical mode with absorbing dielectric

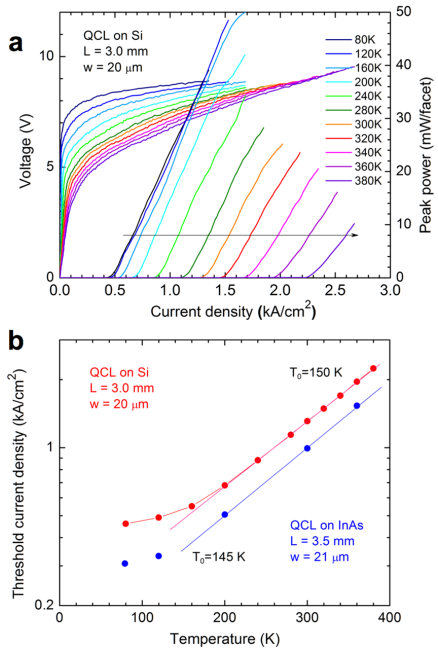

Figure 4. Characteristics of the studied QCLs at different temperatures. (**a**) Voltage-current and light-current characteristics of a QCL grown on Si measured between 80 and 380 K. (**b**) Threshold current density as a function of temperature of QCLs grown on Si and on InAs.

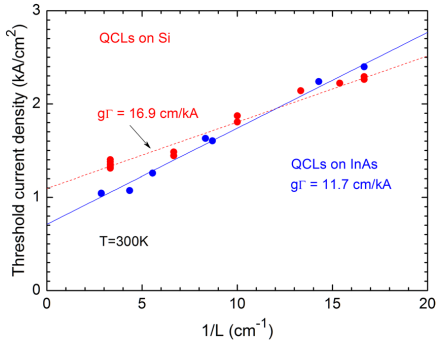

Figure 5. Threshold current density of the studied QCLs as a function of reciprocal resonator length. The plotted values are normalized for the ridge width of 20 μm.

on the mesa walls[44]. We consider that this, quite weak, effect is not further influenced by the different shape of the ridges in the lasers grown on Si and InAs. Taking into account this width dependence, the room temperature threshold current density of the lasers normalized for $w = 20\,\mu m$ is plotted in Fig. 5 as a function of the reciprocal cavity length $1/L$. This dependence can be analyzed using the following equation[45]:

$$J_{th} = J_{tr} + \frac{(\alpha_w + \alpha_m)}{\Gamma g} = J_{tr} + \frac{\alpha_w}{\Gamma g} - \frac{\ln(R)}{\Gamma g}\frac{1}{L} \quad (1)$$

where J_{tr} is the transparency current of the active region, α_w is the optical absorption in the waveguide confining layers, α_m is the mirror loss depending on the resonator length, g is the differential gain and Γ is the fundamental guided mode overlap with the active zone.

The facet reflectivity R calculated using the Fresnel formula yields $R = 0.29$ for the given waveguide. The slope of the J_{th} $(1/L)$ dependence gives the differential modal gain, $\Gamma g = 11.7$ cm/kA for QCLs grown on InAs (Fig. 5). Taking into account the calculated waveguide loss $\alpha_w = 3\,\mathrm{cm}^{-1}$ one can obtain $J_{tr} = 0.45\,\mathrm{kA/cm}^2$. This value, about 40% of the threshold current densities, is due to the thermal population of the bottom level of the laser transition and to leakage currents. The relatively weak contribution of J_{tr} into the total J_{th} evidences that both the QCL design and the device processing have been well implemented in these lasers. The data for lasers grown on Si, also presented in Fig. 5, are more dispersed but it is clearly seen that the threshold current densities are comparable with those of the devices grown on a native InAs substrate. More surprisingly, the differential gain is higher ($\Gamma g = 16.9$ cm/kA), resulting in lower J_{th} for shorter lasers as compared with the reference InAs wafer. In Fig. 5 the larger intercept at $1/L = 0$, due to the term $J_{tr} + \frac{\alpha_w}{\Gamma g}$ in Equ. (1), may indicate stronger optical loss in the whole waveguide or more significant current leakage because of the likely higher doping mentioned above, due to the growth on a misoriented substrate, which, in turn, explains the somewhat higher J_{th} in long devices grown on Si. The additional optical loss can also be due to the high density of crystalline defects. It should be noted, that the quite small deviation of the experimental points in Fig. 5 from the corresponding linear fits can be considered as an evidence of the consistency of the obtained results.

Discussion

The high performance of the QCLs grown on Si is quite unexpected, especially taking into account the worse crystalline quality as compared with the wafer grown on InAs. To analyze possible explanations of this finding, let us consider the usual equation for the QCL gain coefficient[46]:

$$g = \tau_3\left(1 - \frac{\tau_2}{\tau_{32}}\right)\frac{e^2\hbar f_{32}}{\varepsilon_0 nc2\gamma_{32}L_p m_0} \tag{2}$$

where τ_3, τ_2, τ_{32}, f_{32} are the lifetimes and the oscillator strength characterizing the 3 to 2 lasing transition, e, m_o – the electron charge and effective mass, respectively, n – the effective refractive index of the optical mode, L_p – the length of one period of the QCL active zone, c – the speed of light, and $2\gamma_{32}$ – the width of the gain spectrum. In this equation only γ_{32} and the lifetimes can be influenced by the crystalline quality of the structure. Considering the observed fluctuations of the layer thickness (Fig. 1) one can expect a broadening of the gain spectrum in the QCLs grown on Si. Typically, $2\gamma_{32}$ is of the order of 10% of the transition energy. To some extent, the relative wavelength variation can be considered as proportional to the variation of the thickness of quantum wells in the QCL active region. Hence, the observed average inhomogeneity of the layer thickness (Fig. 2), estimated above to be $+/-1.8\%$ should result in a 36% broadening of the initial gain curve and a corresponding decrease in the QCL gain. It is however reasonable to suppose that the thickness of AlSb barriers is also modulated, in phase with the InAs fluctuations. The cumulative effect of the thickness variation of wells and barriers results in a much weaker change in the transition energy, because thicker barriers reduce the transition wavelength. We estimated that the 3.6% synchronous change in the thickness of all layers in the structure results in a $<1\%$ variation in the emission wavelength. Hence the observed average thickness fluctuations should only result in a small increase of the gain width not exceeding 10%. To summarize, we believe that thickness fluctuations in the active zone certainly decrease the gain of QCLs grown on Si but this influence is weak because of the opposite effect of the well and barrier fluctuations.

The most surprising finding of this work is a larger differential gain in the QCLs grown on Si compared with lasers grown on a natural InAs substrate. Considering again Equ. (2), the higher gain could be explained by changes in the intersubband lifetimes. The contribution to lifetime τ_3 due to LO-phonon emission is calculated to be 0.42 ps in the investigated structure. In general, the very short lifetimes make QCLs insensitive to many parasitic recombination mechanisms existing in other types of semiconductor lasers. Among the parasitic paths that can affect the QCL operation, the interface roughness scattering is however an important one. The efficiency of this mechanism depends on the effective roughness height Δ and on the characteristic lateral size of these fluctuations, the correlation length Λ[][47]. Typical parameters that satisfactory describe the available experimental data on InAs/AlSb QCLs grown on InAs substrates are the following: $\Delta = 0.03$ nm, $\Lambda = 4.5$ nm. These values show that the interface scattering is due to spatial fluctuations at a much smaller scale than the micrometer-scale features related to dislocations discussed above and shown in Fig. 1. The τ_3 lifetime drops to 0.30 ps if the interface scattering is taken into account using these parameters. It is reasonable to assume that the presence of the short atomic steps, due to the growth on a 6° misoriented Si substrate, can significantly affect the lateral size of the interface roughness. More precisely, it can decrease the effective roughness of the interfaces by favoring a smoother step-flow growth thus reducing the interface scattering rate and, as a result, increasing τ_3. Such mechanism could be responsible for the larger differential gain in these devices.

Conclusion

In summary, we demonstrated the first quantum cascade lasers directly grown on a Si substrate. The RT threshold current density of these InAs/AlSb QCLs is as low as $1.3\,\mathrm{kA/cm}^2$ in 3-mm-long devices with a cleaved Fabry-Perot resonator. The lasers operated near $\lambda = 11\,\mu$m in pulsed mode and the maximum operation temperature exceeds 380 K. These QCLs exhibited high performances comparable with those of similar devices grown on their native InAs substrate. The absence of degradation despite the poorer crystalline quality is explained by the natural insensitivity of QCLs to crystalline defects. Quite the opposite, a higher differential gain is observed in these lasers,

that could be due to modifications of the interface scattering through the influence of short atomic steps formed because of the 6° miscut of the employed Si substrate. Given the wide wavelength range reachable with InAs/AlSb QCLs, this opens the way to the development of a large portfolio of integrated sensors in the whole MIR.

Methods

MBE growth. A RIBER 412 solid-source MBE system equipped with valved cracker cells for both Sb and As was used to grow the QCL material. Growth rates were set to 1 ML/s for InAs and 0.33 ML/s for AlSb. Both materials were grown at a V/III flux ratio of about 2.

Si substrate preparation. Prior to epitaxy the Si substrate was prepared by applying both *ex-situ* and *in-situ* procedures described earlier in detail[48]. The growth was initiated by depositing 4 monolayers AlSb directly on the Si substrate at 450 °C, followed by the growth of the GaSb buffer while ramping the substrate temperature up to 500 °C[49]. After 1-µm GaSb, the temperature was ramped down to 450 °C in order to grow a 200-nm-thick InAs layer. After the template completion, the sample was taken out of the MBE system to be mounted side-by-side with an InAs substrate on a multiwafer Mo-bloc. The QCL growth was then performed exactly in the same conditions on the InAs substrate and on the III-V-on-Si template.

STEM measurements. The STEM images were obtained with the FIB preparation in the <110> zone axis parallel to the steps related to the vicinality of the substrate. HAADF-STEM was performed on a spherical aberration corrected Titan Themis microscope operated at 200 kV.

Device characterization. The fabricated devices were mounted in a LN_2 flow cryostat and tested at temperatures between 80 and 380 K. The emitted radiation was collected with a f/1 off-axis parabolic mirror and then analyzed using a Fourier transform infrared spectrometer (FTIR) Bruker Vertex 70 equipped with a pyroelectric detector. For optical power measurements, the laser beam was collimated with another f/1 off-axis parabolic mirror onto a Melles Griot 13PEM001 power meter. The lasers were tested in pulsed mode using 333-ns-long current pulses at a repetition rate of 12 kHz. An additional 30 Hz current modulation was applied for measurements of light-current curves with the slow FTIR detector. The pulsed optical power of the lasers was calibrated using the power meter at a 5% duty cycle (100 ns/500 kHz). No correction was made to take into account the collection efficiency and other optical loss in the experimental setup.

References

1. Won, R. Integrating silicon photonics. *Nature Photon.* **4**, 498–499 (2010).
2. Miller, D. A. B. Silicon photonics: Meshing optics with applications. *Nature Photon.* **11**, 403–404 (2017).
3. Reed, G. T., Mashanovich, G., Gardes, F. Y. & Thomson, D. J. Silicon optical modulators. *Nature Photon.* **4**, 518–526 (2010).
4. Michel, J., Liu, J. & Kimerling, L. C. High-performance Ge-on-Si photodetector. *Nature Photon.* **4**, 527–534 (2010).
5. Chaisakul, P. *et al.* Integrated germanium optical interconnects on silicon substrates. *Nature Photon.* **8**, 482–488 (2014).
6. Liang, D. & Bowers, J. E. Recent progress in lasers on silicon. *Nature Photon.* **4**, 511–517 (2010).
7. Pavesi, L., Dal Negro, L., Mazzoleni, C., Franzo, G. & Priolo, F. Optical gain in silicon nanocrystals. *Nature* **408**, 440–444 (2000).
8. Rong, H. *et al.* A continuous-wave Raman silicon laser. *Nature* **433**, 725 (2005).
9. Jain, J. R. *et al.* A micromachining-based technology for enhancing germanium light emission via tensile strain. *Nature Photon.* **6**, 398–405 (2012).
10. Boucaud, P. *et al.* Light emission from strained germanium. *Nature Photon.* **7**, 162 (2013).
11. Duan, G. H. *et al.* New Advances on Heterogeneous Integration of III–V on Silicon. *IEEE J. Light. Technol.* **33**, 976–983, and references therein (2015).
12. Komljenovic, T. *et al.* Heterogeneous Silicon Photonic Integrated Circuits. *IEEE J. Light. Technol.* **34**, 20–35, and references therein (2016).
13. Crosnier, G. *et al.* Hybrid indium phosphide-on-silicon nanolaser diode. *Nature Photon.* **11**, 297–300 (2017).
14. Justice, J. *et al.* Wafer-scale integration of group III–V lasers on silicon using transfer printing of epitaxial layers. *Nature Photon.* **6**, 612–616 (2012).
15. Liu, H. *et al.* Long-wavelength InAs/GaAs quantum-dot laser diode monolithically grown on Ge substrate. *Nature Photon.* **5**, 416–419 (2011).
16. Wang, Z. *et al.* Room-temperature InP distributed feedback laser array directly grown on silicon. *Nature Photon.* **9**, 837–842 (2015).
17. Chen, S. *et al.* Electrically pumped continuous-wave III–V quantum dot lasers on silicon. *Nature Photon.* **10**, 307–310 (2016).
18. Sun, Y. *et al.* Room-temperature continuous-wave electrically injected InGaN-based laser directly grown on Si. *Nature Photon.* **10**, 595–600 (2016).
19. Castellano, A. *et al.* Room-temperature continuous-wave operation in the telecom wavelength range of GaSb-based lasers monolithically grown on Si. *APL Photonics* **2**, 061301 (2017).
20. Liu, A. Y. *et al.* Electrically pumped continuous-wave 1.3 µm quantum-dot lasers epitaxially grown on onaxis (001) GaP/Si. *Opt. Lett.* **42**, 338–341 (2017).
21. Soref, R. Mid-infrared photonics in silicon and germanium. *Nature Photon.* **4**, 495–497 (2010).
22. Rothman, L. S. *et al.* The HITRAN2012 molecular spectroscopic database. *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer* **130**, 4–50 (2013).
23. Lavchiev, V. M. & Jakoby, B. Photonics in the mid-infrared: challenges in single-chip integration and absorption sensing. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* **23**, 8200612 (2017).
24. Muneeb, M. *et al.* Demonstration of silicon-on-insulator mid-infrared spectrometers operating at 3.8 µm. *Opt. Express* **21**, 11659–11669 (2013).
25. Brun, M. *et al.* Low loss SiGe graded index waveguides for mid-IR applications. *Opt. Express* **22**, 508–518 (2014).
26. Shankar, R., Bulu, I. & Lončar, M. Integrated high-quality factor silicon-on-sapphire ring resonators for the mid-infrared. *Appl. Phys. Lett.* **102**, 051108 (2013).
27. Mashanovich, G. H. *et al.* Germanium Mid-Infrared Photonic Devices. IEEE. *J. Light. Technol.* **35**, 624–630 (2017).
28. Vakarin, V. *et al.* Ultra-wideband Ge-rich silicon germanium integrated Mach–Zehnder interferometer for mid-infrared spectroscopy. *Opt. Lett.* **42**, 3482–3485 (2017).
29. Miller, S. A. *et al.* Low-loss silicon platform for broadband mid-infrared photonics. *Optica* **4**, 707–712 (2017).
30. Schliesser, A., Picqué, N. & Hänsch, W. Mid-infrared frequency combs. *Nature Photon.* **6**, 440–449 (2012).
31. Griffith, A. G. *et al.* Silicon-chip mid-infrared frequency comb generation. *Nature Commun.* **6**, 6299 (2015).

32. Kuyken, B. *et al*. octave-spanning mid-infrared frequency comb generated in a silicon nanophotonic wire waveguide. *Nature Commun* **6**, 6310–6315 (2015).
33. Reboul, J. R., Cerutti, L., Rodriguez, J. B., Grech, P. & Tournié, E. Continuous-wave operation above room temperature of GaSb-based laser diodes grown on Si. *Appl. Phys. Lett.* **99**, 121113 (2011).
34. Wirths, S. *et al*. Lasing in direct-bandgap GeSn alloy grown on Si. *Nature Photon.* **9**, 88–92 (2015).
35. Wang, R. *et al*. 2.3 μm range InP-based type-II quantum well Fabry-Perot lasers heterogeneously integrated on a silicon photonic integrated circuit. *Opt. Express* **24**, 21081–21089 (2016).
36. Spott, A. *et al*. Quantum cascade laser on silicon. *Optica* **3**, 545–551 (2016).
37. Yao, Y., Hoffman, A. J. & Gmachl, C. F. Mid-infrared quantum cascade lasers. *Nature Photon.* **6**, 432–439 (2012).
38. Razeghi, M. *et al*. Quantum cascade lasers: from tool to product. *Opt. Express* **23**, 8462–8475 (2015).
39. Liu, P. Q. *et al*. Highly power-efficient quantum cascade lasers. *Nature Photon.* **4**, 95–98 (2010).
40. Bai, Y., Slivken, S., Kuboya, S., Darvish, S. R. & Razeghi, M. Quantum cascade lasers that emit more light than heat. *Nature Photon.* **4**, 99–102 (2010).
41. Rösch, M., Scalari, G., Beck, M. & Faist, J. Octave-spanning semiconductor laser. *Nature Photon.* **9**, 42–47 (2015).
42. Baranov, A. N., Bahriz, M. & Teissier, R. Room temperature continuous wave operation of InAs-based quantum cascade lasers at 15 μm. Quantum Cascade Lasers in the InAs/AlSb Material System. *Opt. Express* **24**, 18799 (2016).
43. Kroemer, H. Polar-on-non-polar epitaxy. *J. Cryst. Growth* **81**, 193–204 (1987).
44. Bahriz, M., Lollia, G., Baranov, A. N. & Teissier, R. High temperature operation of far infrared ($\lambda \approx 20\,\mu$m) InAs/AlSb quantum cascade lasers with dielectric waveguide. *Opt. Express* **23**, 1523 (2015).
45. Slivken, S., Evans, A., Zhang, W. & Razeghi, M. High-power, continuous-operation intersubband laser for wavelengths greater than 10 μm. *Appl. Phys. Lett.* **90**, 151115 (2007).
46. Sirtori, C. & Teissier, R. In Paiella, R. *Intersubband Transitions in Quantum Structures*. (McGraw-Hill Professional Publishing, 2010).
47. Unuma, T., Yoshita, M., Noda, T., Sakaki, H. & Akiyama, H. Intersubband absorption linewidth in GaAs quantum wells due to scattering by interface roughness, phonons, alloy disorder, and impurities. *J. Appl. Phys.* **93**, 1586–1597 (2003).
48. Madiomanana, K. *et al*. Silicon surface preparation for III–V Molecular Beam Epitaxy. *J. Cryst. Growth* **413**, 17–24 (2015).
49. Rodriguez, J., Madiomanana, K., Cerutti, L., Castellano, A. & Tournié, E. X-ray diffraction study of GaSb grown by molecular beam epitaxy on silicon substrates. *J. Cryst. Growth* **439**, 33–39 (2016).

Acknowledgements
Part of this work was supported by the French program on "Investments for the Future" (EquipEx EXTRA (ANR-11-EQPX-0016) and TEMPOS (ANR-10-EQPX-0050)).

Author Contributions
E.T., A.N.B. and R.T. proposed and guided the whole project. Z.L. and M.B. studied the QCL active zone. J.T. performed the *ex-situ* Si preparation. G.B. calibrated the MBE system. L.C. and J.B.R. grew the III–V on Si template. A.N.B. grew the QCL structures. H.N. performed device processing, with contribution from G.N., and characterization. G.P. performed the TEM measurements and analysis. H.N., A.N.B. and R.T. analyzed the laser properties. E.T and A.N.B. wrote the paper.

Additional Information
Competing Interests: The authors declare no competing interests.

Publisher's note: Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Open Access This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third party material in this article are included in the article's Creative Commons license, unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/.

© The Author(s) 2018

Journal of Crystal Growth 495 (2018) 9–13

Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Crystal Growth

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jcrysgro

In situ determination of the growth conditions of GaSbBi alloys

O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, J.-B. Rodriguez*

IES, Univ. Montpellier, CNRS, 34000 Montpellier, France

ARTICLE INFO

Communicated by E. Calleja

Keywords:
A1. Reflection high-energy electron diffraction
A3. Molecular beam epitaxy
B2. GaSbBi
B2. III-V-Bi alloys

ABSTRACT

We have grown by molecular-beam epitaxy (MBE) $GaSb_{1-x}Bi_x$ layers at different temperatures and fluxes to observe their influence on the Bi incorporation rate. All growth runs were monitored by *in situ* reflection high-energy electron diffraction (RHEED). Strong intensity oscillations were observed during the MBE growth of all GaSbBi and GaSb layers at very low temperatures, down to 170 °C (thermocouple temperature). We demonstrate that a detailed analysis of these RHEED oscillations gives an excellent insight into the variation of the Bi incorporation rate over the whole 2–13% composition range. While identifying the conditions to grow high quality GaSbBi alloys is a challenge generally addressed *via* a cumbersome trial and error approach, we demonstrate that RHEED oscillations is a powerful method to set the optimized growth conditions for the epitaxy of III-V-Bi alloys.

1. Introduction

Dilute bismide III-V alloys have recently attracted great attention mainly due to Bi-induced bandgap reduction [1–4] and spin-orbit splitting energy increase [4–6]. These properties make the III-V-Bi materials interesting for optoelectronic applications. However, the incorporation of Bi atoms into III-V materials is difficult due to the large difference of size and electronegativity. Bi has indeed a strong tendency to surface segregate and form droplets. Nonetheless, it was shown that the growth of III-V-Bi alloys can be achieved using unusually low growth temperatures and V/III flux ratio close to unity [4,7–15]. High crystal quality GaSbBi samples have been grown with Bi content up to 11.4% [9–12,14,15]. At higher Bi concentrations, the surface was systematically covered by droplets and a degradation of the material quality was observed. Additionally, the substrate temperature cannot be measured with conventional pyrometers generally used in III-V molecular-beam epitaxy (MBE) systems, suited for temperatures higher than 400 °C. Overall, the conditions (temperature and flux ratio) allowing the growth of high quality GaSbBi are extremely challenging to set since any slight deviation easily leads to the formation of droplets or to a low incorporation of Bi into the GaSb matrix. A large number of calibration samples is thus generally required to correctly set these parameters by a trial-and-error approach, which is both time- and money- consuming.

In situ reflection high-energy electron diffraction (RHEED) observations are widely used to monitor the MBE growth of III-V materials [16–23]. RHEED oscillations have indeed been reported during the growth of GaAsBi at 345 °C, thus demonstrating a layer-by-layer growth mode which allowed measuring *in situ* the alloy growth rate [24]. We are not aware however of any such a report for the MBE growth of GaSbBi alloys which occurs at temperatures below 300 °C. In this work, we demonstrate that monitoring RHEED intensity oscillations allows much more than measuring the growth rate and that it is a fast, economical and accurate method to *in situ* set the growth conditions of GaSbBi alloys.

2. Experimental details

The growths were performed on quarters of two-inch n-type (0 0 1)-GaSb wafers mounted on In-free platens in a RIBER COMPACT 21 reactor equipped with a valved Sb-cracker-cell. The substrate temperature was measured using an optical pyrometer for temperatures higher than 380 °C, whereas the thermocouple temperature reading (TTR) was used as a reference for lower temperatures. The TTR is the temperature read by the thermocouple located between the substrate heater and the substrate. It is obviously different from the real temperature of the sample, and can vary from one MBE system to the other, or from sample holder to sample holder. However, we have verified that in the conditions used for the experiments reported in this article, the TTR is reproducible in our MBE reactor. Previous experiments aiming at describing the evolution of the Bi incorporation with the substrate temperature allowed determining an optimal growth temperature of GaSbBi in this MBE at 200 °C TTR, which corresponds according to available data and associated model in the literature [9], to a real temperature of 275 °C. The beam-equivalent-pressures (BEPs) were monitored using an ion gauge with a precision of $\pm 1 \times 10^{-9}$ Torr for

* Corresponding author.
E-mail address: jean-baptiste.rodriguez@umontpellier.fr (J.-B. Rodriguez).

https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2018.05.010
Received 28 February 2018; Received in revised form 7 May 2018; Accepted 11 May 2018
0022-0248/ © 2018 Elsevier B.V. All rights reserved.

the Bi species and $\pm 5 \times 10^{-9}$ Torr for the Sb species. Because of the extreme sensitivity of the Bi content and overall GaSbBi material quality to the Sb flux, care was taken to avoid any hysteresis effect on the Sb valve aperture by fully opening the valve before setting the desired aperture. Using this procedure, a very good reproducibility of the Sb flux for a given valve aperture is achieved. RHEED intensity oscillations were obtained using a 12 keV electron beam at grazing incidence angle. Several measurements (typically five) were taken for each set of growth conditions. The data presented below correspond to their average value, and the error bars represent the discrepancy between the different measurements. The crystal quality of all samples was assessed by high-resolution X-ray diffraction (HR-XRD) measurements using a PANalytical X'Pert3 MRD equipped with a PIXcel1D linear detector, an X-ray tube delivering the CuKα_1 radiation and a four-bounce asymmetric Ge (2 2 0) monochromator. Bi concentrations were estimated using HR-XRD simulated curves in the framework of the dynamical modeling from the Xpert epitaxy© software and assuming a GaBi lattice constant of 6.272 Å [10,14]. The morphology of the surfaces was characterized by optical microscopy.

The substrates were first heated up to 550 °C under Sb flux in order to remove the oxide from the surface. A 100 nm thick GaSb buffer layer was then grown at a rate of 0.25 ML/s at 500 °C. Next, the samples were cooled down to the growth temperature. The Sb flux was turned off for temperatures lower than 380 °C in order to avoid the deposition of an Sb layer on the surface. After the temperature was stabilized, 1 monolayer (ML) of GaSb was grown using a near-stoichiometric V/III flux ratio to replace the Sb-rich (1 × 5) surface reconstruction by the (1 × 3) reconstruction typically observed during the growth of GaSb-based compounds at their usual temperature (450–500 °C) . Finally, the Ga, Sb and Bi shutters were simultaneously opened to start the growth of the GaSbBi or GaSb layer. A (1 × 3) RHEED pattern was consistently observed during the growth of both GaSbBi and GaSb compounds at low temperature.

3. Results and discussion

It has been previously demonstrated that the growth temperature and the V/III flux ratio are the two critical parameters for the successful growth of III-V-Bi alloys [4,7–15]. In particular, an accurate control of the Ga, Sb and Bi fluxes is essential to achieve the growth of GaSbBi with good material quality. A Ga-rich growth or an excess of Sb atoms may lead to the formation of Ga or Ga-Bi droplets [8,25] and a poor crystal quality or to a drastic reduction of the Bi incorporation rate [4,7,8,10,12–14]. The usual way to set the growth conditions is thus to first adjust the Ga and Bi flux to get the desired growth rate and Bi content, and then to grow a series of sample while fine tuning the Sb flux in order to obtain the optimum V/III ratio.

To demonstrate the possibility to use RHEED oscillations for adjusting the Sb flux even at these low temperatures, three sets of measurements corresponding to three Bi fluxes, were carried out at a TTR of 200 °C and various Sb flux. The Bi BEP for each set of measurements was fixed to 1.2×10^{-8} (set A), 2.4×10^{-8} (set B) and 3.5×10^{-8} Torr (set C), corresponding respectively to a Bi content of approximately 4, 8 and 12% (using optimized Sb flux and growth temperature for the considered Ga incorporation rate). The Ga incorporation rate was kept constant at 0.257 ML/s for the A and B sets whereas it was 0.246 ML/s for the C series. The growth conditions used are summarized in Table 1. Surprisingly at such an extremely low temperature, strong intensity oscillations were observed for both GaSbBi and GaSb. Fig. 1 a and b show the RHEED oscillations recorded during the growth of GaSbBi with a Bi BEP of 3.5×10^{-8} Torr and of GaSb, respectively.

Very similar curves were obtained for the two other Bi BEPs and are not represented here for sake of conciseness. The GaSbBi and GaSb growth rates calculated from the RHEED oscillations for each Bi BEP are represented as a function of the Sb flux in Fig. 1c, d and e. In the three cases, down to about 2.15×10^{-7} Torr, the growth rate does not significantly evolve with the Sb flux, and is similar for the two materials, confirming that the Ga incorporation rate is the limiting mechanism. For an Sb/Ga incorporation rate ratio below unity, damped oscillations were recorded during GaSb growth. As expected, the GaSb growth rate decreased significantly, clearly indicating an Sb induced growth. The oscillations recorded at the same Sb BEP during GaSbBi growth were comparable to the ones obtained at higher Sb flux, revealing a (Sb + Bi)/Ga flux ratio larger or very close to 1. Finally, for the lowest Sb fluxes, the RHEED intensity decreased quickly and no oscillation could be measured during either growth, certainly due to excess Ga on the surface. In contrast with measurements carried out at lower Bi contents, oscillations recorded using a high Bi BEP of 3.5×10^{-8} Torr allowed calculating the group-V limited GaSbBi growth rates for Sb BEPs lower than 1.90×10^{-7} Torr (the Sb BEP for which Sb/Ga rate ratio is unity is 2.07×10^{-7} Torr, slightly lower than for previous sets due to the small variation of the Ga rate between this set and the two others). The larger number of data for the growth with excess Ga allows to linearly fit the evolution of the growth rate with the Sb BEP in these conditions for both GaSbBi and GaSb (Fig. 1e). As expected, the slope for the two lines are the same, and the difference between GaSbBi and GaSb growth rates is thus constant and found to be equal to about 0.019 ML. This difference is obviously reflecting the Bi incorporation, but represents only 7.7% of the Ga growth rate (0.246 ML/s), which is significantly lower than the expected ~12% Bi. The discrepancy between the Bi content measured by HR-XRD (see below) and the RHEED technique (12.3 and 7.7% respectively) seems to corroborate the fact that a lower Bi incorporation rate occurs during the first nanometers of the growth, in agreement with some previous reports [26,27]. However, this point is at the moment subject to discussion since both experimental [28] and theoretical [29] studies have also reported an initial higher Bi incorporation. Further work, beyond the scope of this article, is needed to clarify the situation.

These observations clearly indicate that RHEED oscillations can be used despite the very low growth temperature to fine adjust the Sb flux to the chosen Ga rate and Bi content, and to evidence Bi incorporation, although not quantitatively. To confirm the possibility to use these data for the growth of thicker layers, GaSbBi layers were grown using different Sb fluxes and the three Bi BEP used before. Fig. 2 a and b show the ω-2θ scans measured on (0 0 4) reflection for the samples grown with the two highest Bi BEP (B and C sets). With a Bi BEP of 2.4×10^{-8} Torr, the sample grown with an Sb/Ga flux ratio of one (Sb BEP of 2.15×10^{-7} Torr) is droplet free, and *Pendellösung* fringes are clearly visible on the corresponding HR-XRD scan, attesting the high material quality of the film. The extracted Bi content from this measurement is about 8.7%. A smaller Sb BEP (1.95×10^{-7} Torr, Sb/Ga ratio = 0.91), resulted in a graded Bi composition and the absence of *Pendellösung* fringes indicates a low crystal quality. Moreover, optical

Table 1
Growth conditions used for the different sets of RHEED oscillations measurements and GaSbBi single layers epitaxy.

	RHEED oscillations		100-nm thick GaSbBi single layer	
	Ga growth rate (ML/s)	Bi BEP (Torr)	Sb BEP (Torr)	Bi content (HR-XRD)
Series A	0.257	1.2×10^{-8}	2.00×10^{-7}	–
			2.20×10^{-7}	4.1%
			2.40×10^{-7}	2.6%
Series B	0.257	2.4×10^{-8}	1.95×10^{-7}	–
			2.15×10^{-7}	8.7%
			2.40×10^{-7}	6.3%
Series C	0.246	3.5×10^{-8}	1.75×10^{-7}	–
			1.90×10^{-7}	12.3%
			2.10×10^{-7}	11.4%

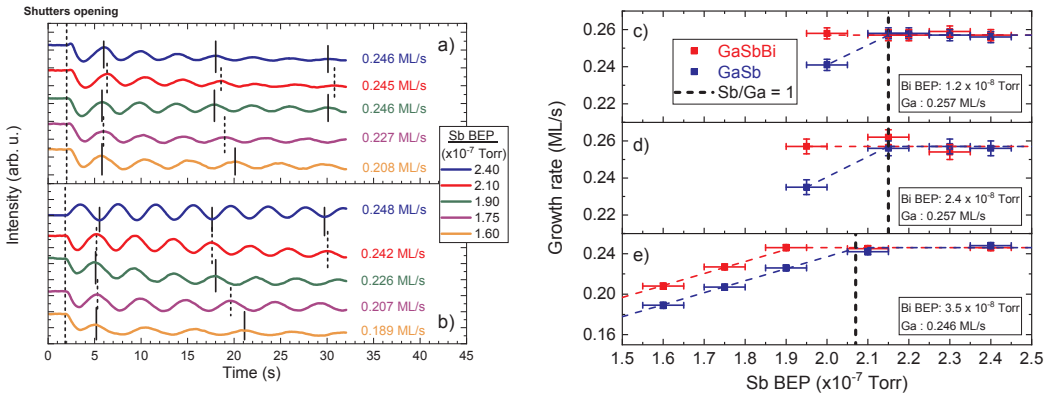

Fig. 1. RHEED oscillations recorded for GaSbBi (a) and GaSb (b) grown at 200 °C TTR as a function of the Sb flux, for a Bi BEP of 3.5×10^{-8} Torr, and fixed Ga flux. The curves have been vertically shifted for clarity, and black lines are a guide for the eye. GaSbBi and GaSb calculated growth rates as a function of the Sb flux using fixed Bi BEPs of 1.2×10^{-8} Torr (c), 2.4×10^{-8} Torr (d) and 3.5×10^{-8} Torr (e). Each data point is the average of several measurements.

microscopy observations show a surface covered by biphasic Ga-Bi droplets (confirmed by EDX analysis), very similar to the defects reported by Duzik and Milluchnik [25]. The same Ga-Bi droplets were observed on the surface of the sample grown with the highest Sb BEP to 2.40×10^{-7} Torr (Sb/Ga ratio of 1.12). *Pendellösung* fringes are still visible, but not as well defined as for the previous sample, and the Bi concentration decreased to 6.3%. This reduction of the Bi content can be ascribed to an excess of Sb preventing Bi incorporation, as previously reported [4,7,8,10,12–14]. The best sample from this set appears to be the one grown with an Sb BEP of 2.15×10^{-7} Torr, which corresponds, according to Fig. 1d to an Sb/Ga ratio of one and therefore an overall V/III ratio slightly larger than unity. The same observations were made for the set of samples grown with the lowest Bi BEP (not shown here). The situation is also comparable for the samples grown with the highest Bi BEP (3.5×10^{-8} Torr), with an optimum Sb/Ga rate ratio close to 0.9 (Fig. 1e) resulting again in an overall (Sb + Bi)/Ga flux ratio slightly above unity. Samples with such a very high Bi content (> 12%) are expected to result in droplet covered surfaces [14], and optical microscopy confirmed that the formation of macroscopic defect on the surface could not be avoided. The best surface morphology was obtained

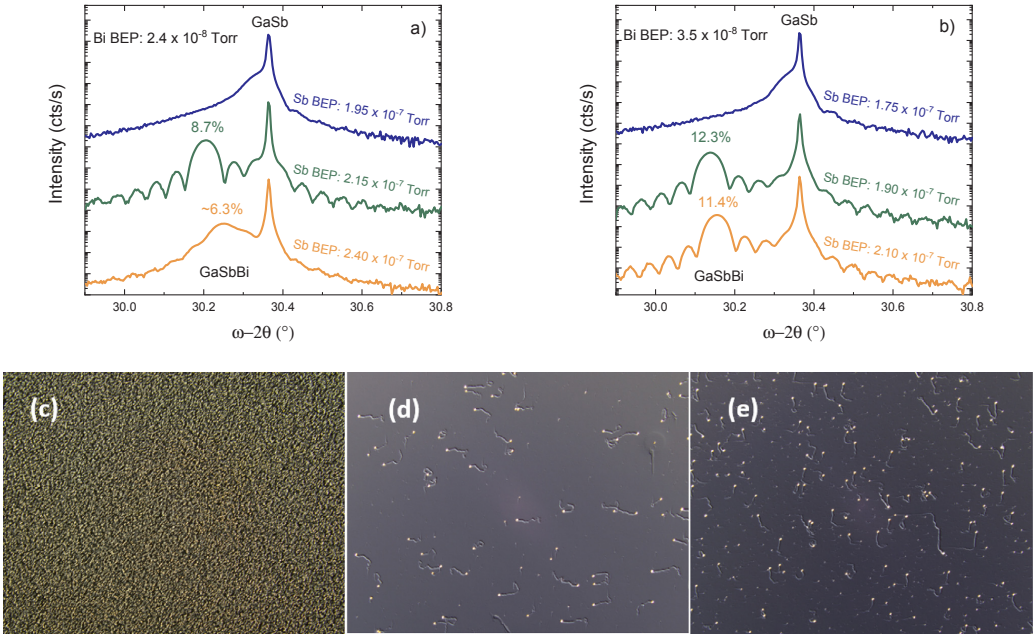

Fig. 2. HR-XRD scans of the 004 Bragg reflection of GaSbBi films grown at 200 °C TTR using different Sb fluxes and Bi BEPs of 2.4×10^{-8} Torr (a) and 3.5×10^{-8} Torr (b). Optical microscope images (600 × 400 µm) of the surface of the GaSbBi samples grown with a fixed Bi BEP of 3.5×10^{-8} Torr and Sb BEPs of (c) 1.75×10^{-7} Torr, (d) 1.90×10^{-7} Torr, (e) 2.10×10^{-7} Torr.

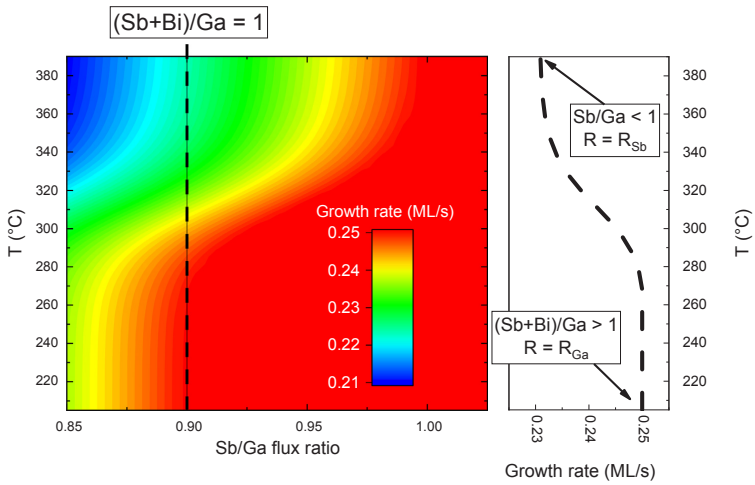

Fig. 3. Illustration of the variation of the GaSbBi growth rate as a function of the Sb/Ga flux ratio and temperature and the growth temperature, for a Ga maximum incorporation rate of 0.25 ML/s and a Bi flux corresponding to a maximum incorporation of 10%. The graph on the right panel is the line profile extracted from the contour plot for an Sb/Ga flux ratio of 0.9 (corresponding to a (Sb + Bi)/Ga ratio of one). The decrease of the Bi incorporation caused by the increase of the growth temperature results in a variation of the overall growth rate which can be measured by RHEED.

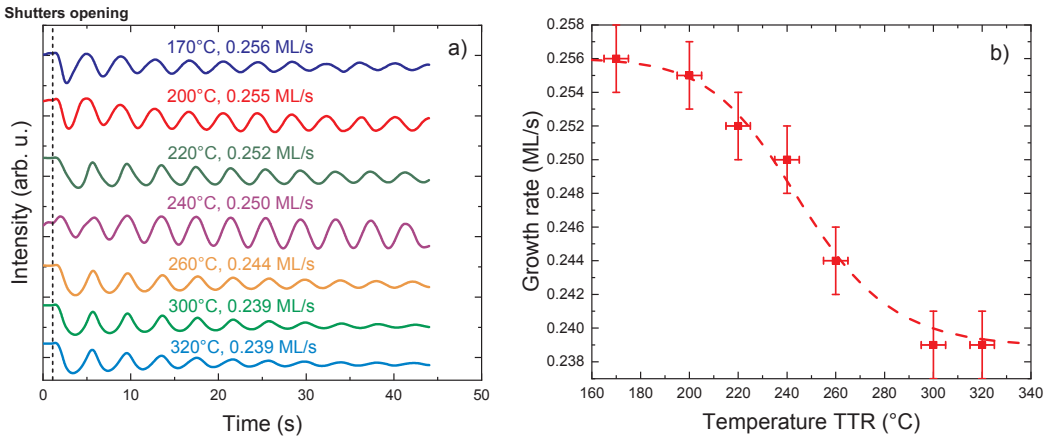

Fig. 4. (a) RHEED oscillations from GaSbBi grown at different temperatures using fixed fluxes (Sb BEP: 2.00×10^{-7} Torr, Bi BEP: 3.7×10^{-8} Torr). The calculated growth rates are indicated for each curve. The curves have been vertically shifted for clarity. (b) GaSbBi growth rate calculated from the RHEED oscillations as a function of the growth temperature. The dashed line was calculated using a kinetic model.

for an Sb BEP of 1.90×10^{-7} Torr (Fig. 2c, d and e), in good agreement with HR-XRD data.

The other critical parameter for Bi incorporation is the substrate temperature. As mentioned above, the substrate temperature for GaSbBi growth is not measurable by standard pyrometers and is therefore particularly challenging to set. In the following, we demonstrate that it is possible to use RHEED intensity oscillations to overcome this difficulty. Indeed, from the experiments above it appears that the growth rate of GaSbBi and GaSb is different below or very close to the Ga-Sb stoichiometry, due to the incorporation of Bi. At low temperature, Bi is incorporated, the (Sb + Bi) atomic flux is just slightly larger than the Ga one and the growth rate measured by RHEED oscillations corresponds to the Ga incorporation rate. When the temperature is increased, the Bi incorporation rate decreases, and the V/III ratio eventually becomes smaller than one, giving rise to a group-V limited growth. Thus, the measured growth rate also decreases and eventually reaches a constant value corresponding to the Sb incorporation rate. Therefore, by setting the Sb BEP at a value where the GaSbBi growth rate is limited by Ga incorporation while it is limited by the Sb incorporation for GaSb, it should be possible to clearly measure the decrease of the Bi incorporation when the substrate temperature is increased. To help in understanding, we have modeled in Fig. 3 the variation of the GaSbBi growth rate as a function of the temperature using the kinetic approach described by Wood et al. [30] and Pan et al. [31], values for desorption energy barrier and surface residence lifetime found in the literature (1.75 eV and 6.5 µs respectively) [9], a Ga growth rate of 0.25 ML/s and a Bi maximum content of 10%. This contour plot illustrates that by choosing a Sb/Ga flux ratio slightly below unity (0.9 in this example), the growth rate evolves with the substrate temperature, reflecting the evolution of the Bi incorporation.

In order to demonstrate this, we recorded RHEED intensity oscillations during the epitaxy of GaSbBi and GaSb at an initial TTR of 200 °C. The Ga incorporation rate was fixed at 0.255 ML/s and the Bi BEP was slightly larger than the one used for the last set of RHEED oscillations measurements (3.7×10^{-8} Torr). The Sb flux was reduced until different growth rates for GaSbBi and GaSb could be noticed. For

an Sb BEP of 2.0×10^{-7} Torr, the GaSb growth rate decreased to 0.240 ML/s while the GaSbBi growth rate remained constant at 0.255 ML/s. Keeping constant this Sb flux, the GaSbBi growth rate was then measured as a function of the growth temperature, from 170 to 320 °C TTR (Fig. 4a). As expected, the GaSbBi growth rate decreased from 0.256 ML/s at 170 °C to 0.239 ML/s at 300 °C TTR, clearly showing the reduction of the Bi incorporation rate with the increase of the temperature. At 300 °C TTR, the GaSbBi growth rate was almost equal to the GaSb growth rate measured at 200 °C TTR and it can thus be considered that there is no more Bi incorporation at 300 °C TTR. The influence of the temperature on the Bi incorporation is similar to those observed previously for dilute nitrides [32] and bismides [4,33] and could be modeled using the kinetic approach described by Wood et al. [30] and Pan et al. [31] (Fig. 4b). The very same parameters previously determined from the evolution of the Bi content in GaSbBi calculated by HR-XRD [9,14] could be used (desorption energy barrier of 1.75 eV and surface residence lifetime of 6.5 μs), which validates the methodology employed, and confirms that RHEED is a powerful technique to determine the optimum growth temperature of GaSbBi, with the added benefit of using only one sample and a limited number of oscillations measurements.

4. Summary

In summary, RHEED intensity oscillations from GaSbBi and GaSb were used to determine the growth conditions for GaSbBi. Strong oscillations were measured for both GaSbBi and GaSb for different Bi fluxes at very low temperature, even during group-V induced growth. To set the critical V/III flux ratio and the growth temperature, the influence of the Sb flux and the temperature on the growth rate of GaSbBi and GaSb was studied. The variation of the Bi incorporation rate was clearly observed. Finally, several GaSbBi layers with Bi content between 2 and 13% were grown under different temperatures and fluxes using the indications given by the RHEED measurements. To conclude, RHEED oscillations can be used to set the growth conditions of GaSbBi and could also be useful for other III-V-Bi alloys. This technique could help overcoming the growth difficulties caused by the challenging Bi incorporation.

Acknowledgements

This work has been partly supported by the French ANR under project BIOMAN (ANR-15-CE24-0001) and by the French program on “Investments for the Future” (*EquipEx EXTRA*, ANR-11-EQPX-0016).

References

[1] K. Oe, H. Okamoto, Jpn. J. Appl. Phys. 37 (1998) L1283.
[2] S. Tixier, M. Adamcyk, T. Tiedje, S. Francoeur, A. Mascarenhas, P. Wei, F. Schiettekatte, Appl. Phys. Lett. 82 (2003) 2245.
[3] S. Francoeur, M.-J. Seong, A. Mascarenhas, S. Tixier, M. Adamcyk, T. Tiedje, Appl. Phys. Lett. 82 (2003) 3874.
[4] X. Lu, D.A. Beaton, R.B. Lewis, T. Tiedje, M.B. Whitwick, Appl. Phys. Lett. 92 (2008) 192110.
[5] P. Carrier, S.H. Wei, Phys. Rev. B 70 (2004) 035212.
[6] B. Fluegel, S. Francoeur, A. Mascarenhas, S. Tixier, E.C. Young, T. Tiedje, Phys. Rev. Lett. 97 (2006) 067205.
[7] M. Yoshimoto, S. Murata, A. Chayahara, Y. Horino, J. Saraie, K. Oe, Jpn. J. Appl. Phys. 42 (10B) (2003) L1235–L1237.
[8] G. Vardar, S.W. Paleg, M.V. Warren, M. Kang, S. Jeon, R.S. Goldman, Appl. Phys. Lett. 102 (4) (2013) 042106.
[9] M.K. Rajpalke, W.M. Linhart, M. Birkett, K.M. Yu, D.O. Scanlon, J. Buckeridge, T.S. Jones, M.J. Ashwin, T.D. Veal, Appl. Phys. Lett. 103 (2013) 142106.
[10] M.K. Rajpalke, W.M. Linhart, M. Birkett, K.M. Yu, J. Alaria, J. Kopaczek, R. Kudrawiec, T.S. Jones, M.J. Ashwin, T.D. Veal, J. Appl. Phys. 116 (2014) 043511.
[11] M.K. Rajpalke, W.M. Linhart, K.M. Yu, T.S. Jones, M. Ashwin, T.D. Veal, J. Cryst. Growth 425 (2015) 241–244.
[12] L. Yue, X. Chen, Y. Zhang, F. Zhang, L. Wang, J. Shao, S. Wang, J. Alloys Compd. 742 (2018) 780.
[13] R.B. Lewis, M. Masnadi-Shirazi, T. Tiedje, Appl. Phys. Lett., 101(5) (2012) pp. 082112.
[14] O. Delorme, L. Cerutti, E. Tournié, J.-B. Rodriguez, J. Cryst. Growth 447 (2017) 144.
[15] O. Delorme, L. Cerutti, E. Luna, G. Narcy, A. Trampert, E. Tournié, J.-B. Rodriguez, Appl. Phys. Lett. 110 (2017) 222106.
[16] J.H. Neave, B.A. Joyce, P.J. Dobson, N. Norton, Appl. Phys. A 31 (1983) 1.
[17] T. Sakamoto, H. Funabashi, K. Ohta, T. Nakagawa, N.J. Kawai, T. Kojima, Jpn. J. Appl. Phys. 23 (1984) L657.
[18] F. Briones, D. Golmayo, L. Gonzalez, J.L. de Miguel, Jpn. J. AppI. Phys. 24 (1985) L478.
[19] R. Droopad, R.L. Williams, S.D. Parker, Semicond. Sci. Technol. 4 (1989) 111–113.
[20] J.R. Waterman, B.V. Shanabrook, R.J. Wagner, J. Vac. Sci. Technol. B 10 (1992) 895.
[21] K. Sato, M.R. Fahy, B.A. Joyce, Surf. Sci. 315 (1994) 105.
[22] E.S. Tok, T.S. Jones, J.H. Neave, J. Zhang, B.A. Joyce, Appl. Phys. Lett. 71 (1997) 3278.
[23] G. Almuneau, E. Hall, S. Mathis, L.A. Coldren, J. Cryst. Growth 208 (2000) 113.
[24] Y. Tominaga, Y. Kinoshita, K. Oe, M. Yoshimoto, Appl. Phys. Lett. 93 (2008) 131915.
[25] A. Duzik, J.M. Millunchick, J. Cryst. Growth 390 (2014) 5–11.
[26] D. Fan, P.C. Grant, S.Q. Yu, V.G. Dorogan, X. Hu, Z. Zeng, C. Li, M.E. Hawkridge, M. Benamara, Y.I. Mazur et al., J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanom. Struct. 31, 03C105 (2013).
[27] H. Makhloufi, P. Boonpeng, S. Mazzucato, J. Nicolai, A. Arnoult, T. Hungria, G. Lacoste, C. Gatel, A. Ponchet, H. Carrère, X. Marie, C. Fontaine, Nanoscale Res. Lett. 9 (1) (2014) 123.
[28] D.F. Reyes, F. Bastiman, C.J. Hunter, D.L. Sales, A.M. Sanchez, J.P.R. David, D. González, Nanoscale Res. Lett. 9 (1) (2014) 23.
[29] C.R. Tait, J.M. Millunchick, J. Appl. Phys. 119 (21) (2016) 215302.
[30] C.E.C. Wood, D. Desimone, K. Singer, G.W. Wicks, J. Appl. Phys. 53 (1982) 4230.
[31] Z. Pan, L.H. Li, W. Zhang, Y.W. Lin, R.H. Wu, Appl. Phys. Lett. 77 (2000) 214.
[32] M.J. Ashwin, T.D. Veal, J.J. Bomphrey, I.R. Dunn, D. Walker, P.A. Thomas, T.S. Jones, AIP Adv. 1 (2011) 032159.
[33] E.C. Young, S. Tixier, T. Tiedje, J. Cryst. Growth 279 (2005) 316.