



HAL
open science

Dispositif expérimental d'analyse spectrale pour l'étude de la cathodoluminescence ; Application au Zn Se

J.M. Guillard, G. Hitier

► **To cite this version:**

J.M. Guillard, G. Hitier. Dispositif expérimental d'analyse spectrale pour l'étude de la cathodoluminescence ; Application au Zn Se. *Revue de Physique Appliquée, Société française de physique / EDP*, 1973, 8 (4), pp.337-340. 10.1051/rphysap:0197300804033700 . jpa-00243692

HAL Id: jpa-00243692

<https://hal.archives-ouvertes.fr/jpa-00243692>

Submitted on 1 Jan 1973

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.

Classification
Physics Abstracts
18.40

DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL D'ANALYSE SPECTRALE POUR L'ÉTUDE DE LA CATHODOLUMINESCENCE ; APPLICATION AU ZnSe

J. M. GUILLARD (*) et G. HITIER (**)

Laboratoire de luminescence 1, 9 quai Saint-Bernard, 75-Paris 5^e, France

(Reçu le 11 octobre 1972)

Résumé. — Nous décrivons ici un ensemble électronique utilisé pour des expériences de cathodoluminescence en régime d'impulsions. Il assure l'enregistrement automatique du spectre et comporte des programmes permettant de faire varier le débit, la densité, la durée de bombardement et le temps de repos entre chaque groupe d'impulsions. Cet appareil a été testé sur différents cristaux de ZnSe cubique.

Abstract. — We describe here an electronic apparatus for the automatic recording and display of spectra in pulsed cathodoluminescence experiments. In our apparatus the pulse current, the repetition rate of the pulses, the duration of each group of pulses, and the rest time between groups of pulses may all be programmed. This apparatus has been tested by performing measurements on several different cubic ZnSe crystals.

La cathodoluminescence a contribué depuis quelques années à améliorer notre connaissance des structures de bandes et des niveaux d'impuretés dans les cristaux semi-conducteurs [1] à [6]. C'est pourquoi, nous nous sommes attachés à l'étude des transitions lumineuses émises au voisinage de la bande d'absorption par le ZnSe lorsqu'il est soumis à une excitation cathodique. A cette fin nous avons été amenés à mettre au point un dispositif expérimental permettant la mesure et le contrôle précis des conditions d'excitation des cristaux et de la répartition de l'intensité I émise par les différents points du cristal. Les principales difficultés rencontrées, les moyens mis en œuvre pour y remédier, ainsi que les premiers résultats expérimentaux seront décrits dans cette publication.

Rappelons tout d'abord que l'étude de la luminescence des cristaux ou poudres soumis à un bombardement électronique (cathodoluminescence) présente de nombreux avantages par rapport aux excitations ultraviolette ou infrarouge : densité de bombardement élevée, profondeur de pénétration des électrons primaires variable à volonté, contrôle des paramètres d'excitation, etc... Cependant, on sait que la répartition spectrale et l'intensité des raies émises par les échantillons dépendent considérablement des paramètres d'excitation et de la température. La tension d'accélé-

ration des électrons primaires (variable entre 0 et 30 kV), intervient sur la profondeur de pénétration de ces électrons qui excitent soit des zones de surface, pour des faibles tensions, soit des zones à l'intérieur du cristal pour des tensions élevées (supérieures à 15 kV). Les autres paramètres comme le débit, la densité, et la durée plus ou moins importante de bombardement provoquent un échauffement de l'échantillon ; la largeur de la bande interdite étant étroitement liée à la température, on observe un déplacement des longueurs d'ondes de certaines transitions lumineuses émises par le cristal lorsque la température varie. C'est ce qui se produit lors de l'analyse spectrale dans un intervalle de longueurs d'onde donné. Les premières raies auront été observées alors que le cristal aura reçu une certaine énergie qui le porte à une température t ; le bombardement continu augmente son échauffement et les raies suivantes seront observées sur un cristal ne se trouvant plus dans les mêmes conditions de températures d'où résulte une erreur quant à la position et à l'intensité des raies d'un même spectre.

Pour remédier à ces inconvénients il faut que les paramètres électriques d'excitation soient parfaitement définis et que la température de l'échantillon reste constante pendant la durée d'enregistrement d'un spectre. Cela a été obtenu grâce à un dispositif n'autorisant la mesure que lorsque les fluctuations (inévitables) des conditions d'excitation restent inférieures à des limites préétablies. En ce qui concerne la température, nous avons pensé limiter son influence sur les

(*) 11, avenue de Villars, 78150 Le Chesnay.

(**) Laboratoire de Luminescence, 9, quai Saint-Bernard, 75005 Paris 5^e.

synchrone bloque la sortie de l'amplificateur en l'absence de signal et la débloque en sa présence. La commande en phase du commutateur est obtenue grâce à la fréquence pilote de l'horloge mise en forme et convenablement retardée par un double circuit monostable. Un intégrateur branché en sortie permet alors de moyenniser la mesure sur les $N + I$ impulsions.

La visualisation s'effectue sur un oscilloscope dont l'entrée Y est reliée à la chaîne de mesure du signal lumineux par l'intermédiaire d'une porte dont le temps et la durée d'ouverture sont définis respectivement par les nombres N et I avec $N > I$ et variant de 10 en 10 jusqu'à 100.

L'entrée X commandant la déviation horizontale du spot de l'oscillographe est asservie au mouvement du réseau par le jeu d'un capteur potentiométrique de déplacement de résolution « infinie ». Le signal électrique obtenu est comparé dans un amplificateur différentiel fortement contre-réactionné, à une tension obtenue dans des conditions similaires ce qui rend la dérive des mesures négligeable. Le réseau avançant par à-coups, et la mesure s'effectuant lorsque le réseau est arrêté, on obtient, sur l'oscilloscope et pour chaque longueur d'onde, un point représentant l'intensité émise par le cristal à cette longueur d'onde d'où l'allure du spectre lumineux produit par l'échantillon.

Le contrôle des paramètres d'excitation s'effectue au moyen d'une cellule photoélectrique qui délivre un signal proportionnel à la lumière globale émise par le cristal et traduit donc les fluctuations de celle-ci proportionnellement aux paramètres d'excitation. Un détecteur de seuil impose des limites à ces fluctuations en bloquant le générateur des impulsions du moteur pas à pas, et, le déroulement de la manipulation s'arrête dès qu'il s'est produit soit un déplacement du spot dû aux charges d'espaces qui peuvent s'accumuler sur le cristal soit une fluctuation des conditions d'excitation. Il ne se produit alors d'erreur que sur un seul point de mesure et l'expérimentateur en est averti.

La fin de la manipulation est obtenue par un minirupteur qui bloque l'avancement du réseau.

2. Résultats expérimentaux. — Nous avons sélectionné un certain nombre d'échantillons de cristaux de ZnSe qui nous ont été offerts soit par « l'Aeronautical Research Laboratory » soit par « Matsushita Electric Industrial Co Ltd ».

Nous avons pu dans une première analyse mettre en évidence 2 types de cristaux comme l'a fait Reynolds [8]. En effet sous l'action d'un bombardement électronique avec des électrons accélérés par une ddp de 15 kV (débit moyen 0,1 A/cm²) et des largeurs d'impulsions de 100 μ s à une fréquence de 1 kHz et pour une température voisine de 13 K, nous avons obtenu, au voisinage de la bande d'absorption 2 types de répartition spectrale de la lumière émise par le ZnSe.

Les cristaux de type I de couleur violette sous excitation cathodique montrent (Fig. 2), du côté des

grandes énergies supérieures à 2,8 eV, une faible bande E_x qui serait due à la recombinaison de l'exciton libre, puis aux environs de 2,795 eV une série de raies très intense responsable de la couleur violette de l'échantillon. Ces raies difficilement séparables ont des amplitudes relatives qui varient considérablement

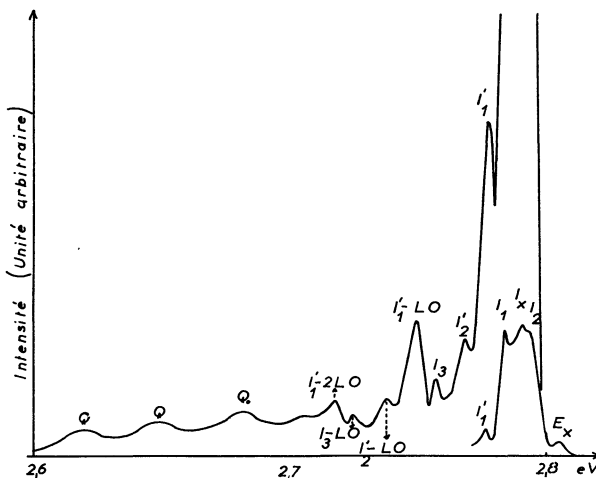


Fig. 2. — Répartition spectrale de la lumière émise par les cristaux du type I excités par des électrons de 15 kV à la température de 13 K.

suivant le point d'impact du faisceau électronique sur le cristal. Nous avons pu cependant identifier sur certains clichés un triplet dont une composante I_2 à 2,795 eV serait due à des transitions d'excitons liés à un donneur neutre, une composante I_x à 2,789 eV et une composante I_1 à 2,783 eV due à la transition d'excitons liés à des accepteurs neutres [9], [10].

La raie I'_1 environ 5 fois moins intense que les raies du triplet, placée vers 2,778 eV pourrait être due à une réplique avec émission de phonon de la raie E_x et présente elle-même 2 répliques avec émission de phonons LO. Au pied de cette raie se trouvent 1 et parfois 2 pics du côté des basses énergies. Nous pensons que le pic noté I'_2 serait dû à $I_2 - TO$. Les attributions des autres raies sont indiquées sur la figure 2. (Les fréquences LO et TO ont été mesurées sur nos échantillons grâce à l'obligeance de M. Beserman.)

L'émission spectrale se termine par 3 bandes larges très peu intenses (nettement moins intenses que celles observées par Dean et Merz et surtout Reynolds). Elles seraient dues à des transitions de donneur-accepteur associées aux environs de 2,682 eV; 2,648 eV; 2,620 eV et se rapprochant des bandes Q_0 présentées par Dean et Merz.

Les émissions spectrales des cristaux du type II, de couleur bleue, sont caractérisées par l'existence d'une émission intense due à des pièges peu profonds, ou émission de bord de bande et d'une série de raies

