



Clara Muniz da Silva de Almeida

**Caracterização de defeitos mecânicos
produzidos por nanoindentação no InP**

TESE DE DOUTORADO

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Física da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Física.

Orientador: Prof. Rodrigo Prioli Menezes

Rio de Janeiro
Março de 2009



Clara Muniz da Silva de Almeida

**Caracterização de defeitos mecânicos
produzidos por nanoindentação no InP**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em Física do Departamento de Física do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Fernando Lázaro Freire Júnior

Presidente

Departamento de Física – PUC-Rio

Prof. Rodrigo Prioli Menezes

Orientador

Departamento de Física – PUC-Rio

Profa. Patrícia Lustoza de Souza

Cetuc – PUC-Rio

Prof. Fernando Agustín Ponce

Arizona State University

Prof. Carlos Alberto Achete

UFRJ

Prof. Carlos Mauricio Lepiensi

UFPR

Prof. José Eugenio Leal

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 17 de Março de 2009.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Clara Muniz da Silva de Almeida

Graduou-se em Física na Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio em 2002. Concluiu o mestrado em física na PUC-Rio em 2005.

Ficha catalográfica

Almeida, Clara Muniz da Silva de

Caracterização de defeitos mecânicos produzidos por nanoindentação no InP / Clara Muniz da Silva de Almeida; orientador: Rodrigo Prioli Menezes. – 2009.

132 f. : il. (color.) ; 30 cm

Tese (Doutorado em física)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

Inclui bibliografia

1. Física – Teses. 2. Nanoindentação. 3. Microscopia de força atômica. 4. Semicondutores III-V. 5. InP. I. Menezes, Rodrigo Prioli. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Física. III. Título.

CDD: 530

Quando eu tinha 6 anos, ao final da minha alfabetização, eu escrevi um livro e o dediquei a ela. Dedico essa tese novamente a ela, minha avó.

Agradecimentos

Ao Professor Rodrigo Prioli Menezes por toda a orientação e respeito, por acreditar no meu trabalho e me incentivar sempre. Agradeço pelo conhecimento compartilhado, pelo esforço conjunto, pelas críticas e pela atenção.

Ao Prof. Fernando Ponce pelo incentivo e por também acreditar na minha capacidade. Pelo conhecimento que você dividiu conosco, por sempre estar disponível e pela atenção. Agradeço, em especial, pela acolhida no Arizona.

Aos professores Patrícia Lutzosa e Maurício Pamplona pelas amostras cedidas para a realização deste trabalho. Ao Prof. Marcos Henrique pela ajuda.

Ao grupo do Prof. Fernando Ponce que me recebeu na ASU com muita receptividade e carinho. Em especial ao Qiyuan Wei pela atenção e ajuda.

Ao amigo Henrique que dividiu o laboratório comigo nessa jornada. E à Paula, que inicia agora seu caminho; desejo sorte.

Agradeço minha família que é minha base e fortaleza, que, por mais que não entendesse de defeitos, sempre esteve presente e interessada. Ao Hare por sempre me ajudar a separar as coisas, pelo amor dedicado e por fazer parte da minha vida.

Agradeço à Sharon por todo carinho retribuído. Agradeço aos meus amigos que sempre estiveram por perto. Obrigada por tudo.

A todos os professores e funcionários do Departamento de Física que contribuíram no meu crescimento acadêmico, em especial à Cássia por toda ajuda.

Ao CNPq e a PUC-Rio pelos auxílios concedidos, sem os quais este trabalho não teria sido realizado.

Resumo

Almeida, Clara Muniz da Silva; Menezes, Rodrigo Prioli **Caracterização de defeitos mecânicos produzidos por nanoindentação no InP**. Rio de Janeiro, 2009. 132p Tese de doutorado – Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Nesta tese foi estudado o mecanismo de deformação mecânica de semicondutores III-V, em especial do InP, através da criação de defeitos utilizando um microscópio de força atômica e o indentador Triboscope. A liberdade de torção da ponta do AFM dificulta o controle e a reprodutibilidade dos experimentos de nanoindentação, por outro lado, através desta liberdade da técnica foi possível medir a pressão necessária para a criação das primeiras discordâncias no cristal. Foi realizado um estudo da deformação mecânica do óxido nativo presente na superfície do InP(100) e do GaAs(001) através de indentações utilizando o nanoindentador. Impressões plásticas residuais atribuídas à camada de óxido nativo foram observadas na superfície dos semicondutores. O processo de deformação plástica do InP foi estudado a partir de nanoindentações utilizando uma ponta Berkovich e uma ponta conosférica. O processo de deformação do InP com a ponta Berkovich apresenta descontinuidades para indentações realizadas com altas forças que são associadas a sucessivos escorregamentos de planos {111} seguidos de travamento das discordâncias. A distribuição de pressão na região indentada para a ponta conosférica é isotrópica, permitindo uma melhor visualização da transição elástico/plástico da deformação do material. Para essa ponta a deformação plástica do InP é iniciada com um evento catastrófico, que aparece nas curvas de indentação como uma descontinuidade. Foram observadas características ao redor das indentações, indicando o aparecimento de discordâncias na superfície do cristal. Microscopia eletrônica de transmissão foi utilizada para a observação das seções transversais das indentações que apresentaram alta densidade de discordâncias formadas pelos planos {111} escorregados.

Palavras-chave

Física –Tese; Nanoindentação; microscopia de força atômica; semicondutores III-V; InP.

Abstract

Almeida, Clara Muniz da Silva; Menezes, Rodrigo Prioli **Characterization of mechanical defects produced by nanoindentation in InP**. Rio de Janeiro, 2009. 132p. DSc. Thesis – Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

In this thesis, the mechanical deformation mechanism of semiconductors III-V was studied, especially for InP. Defects were produced by indentations using an atomic force microscope and a Triboscope nanoindenter. The AFM tip torsion during indentation difficult the control and the reproducibility of AFM nanoindentation experiments. Nevertheless, the tip torsion allowed the measurement of the materials Yield stress. A study of the mechanical deformation mechanism of the native oxide that is presented in the surface of InP (100) and GaAs (100) was done. The residual plastic impressions attributed to native oxides were observed on the semiconductors surface. The plastic deformation process of the InP was studied in nanoindentation experiments using a Berkovich and a conosferical tip. The InP deformation mechanism observed with a Berkovich tip presents discontinuities for indentations performed at high loads, that are associated with successive slip of $\{111\}$ planes along the $\langle 110 \rangle$ directions. The pressure distribution on the indented region, applied by the conosferical tip, is isotropic allowing a better visualization of the elastic/plastic transition in a material deformation process. The plastic deformation of InP using this tip is initialized with a catastrophic event, that appears in the indentation curves as a discontinuity. Small cracks were observed around the indentations using both tips, suggesting that some dislocations loops ends on the InP surface. Bigger cracks were observed in indentations with the conosferical tip and they were attributed to material fracture produced by the locking of dislocations near the surface. Transmission electron microscopy was done in the nanoindentation cross section showing a high density of defects created by the slip of the $\{111\}$ planes.

Keywords

Physics – Thesis; Nanoindentation; Atomic Force Microscopy; semiconductors III-V; InP.

Sumário

1. Introdução	20
1.1. Sumário	22
2. Características e propriedades do InP	24
2.1. A estrutura cristalina do fosfeto de índio	24
2.2. Mecanismos de deformação plástica do InP	27
3. Revisão da literatura	33
4. Medidas de propriedades mecânicas	37
4.1. Propriedades mecânicas	37
4.2. Determinação das propriedades mecânicas	39
4.3. Técnicas experimentais e metodologias utilizadas para as medidas das propriedades mecânicas	42
4.3.1. Nanoindentador Triboscope	42
4.3.2. Nanoindentação com AFM	49
4.4. Diferenças entre as duas técnicas utilizadas para indentações	59
5. Contribuição da torção do cantilever nas medidas de propriedades nanomecânicas utilizando microscopia de força atômica	60
5.1. Introdução	60
5.2. Medidas experimentais	61
5.3. Resultados	63
5.4. Discussão dos resultados	67
5.5. Conclusões	70
6. Efeito da deformação mecânica do óxido nativo em nanoindentações no InP	72

6.1. Introdução	72
6.2. Procedimentos experimentais	73
6.3. Resultados	76
6.4. Discussão dos resultados	80
6.5. Conclusões	87
7. O processo de deformação mecânica do InP em nanoindentações utilizando uma ponta Berkovich	89
7.1. Introdução	89
7.2. Procedimentos experimentais	90
7.3. Resultados	91
7.4. Discussão dos resultados	96
7.5. Conclusões	101
8. O processo de deformação mecânica do InP em nanoindentações utilizando uma ponta conosférica	102
8.1. Introdução	102
8.2. Procedimentos experimentais	103
8.3. Resultados	108
8.4. Discussão dos resultados	116
8.5. Conclusões	127
9. Conclusões	128
Referências	130

Lista de figuras

- Figura 2.1. (a) Duas redes CFC intercaladas distantes uma da outra de $\frac{1}{4}$ da diagonal do cubo ao longo desta, formando a estrutura zinblende. (b) a célula unitária do InP. 24
- Figura 2.2. Projeção da estrutura cristalina do InP em um dos planos $\{110\}$ levemente girada para observação do volume do cristal. Em destaque os planos $\{100\}$ em (a), $\{110\}$ em (b) e $\{111\}$ em (c). 25
- Figura 2.3. Orientação do substrato de InP utilizado. Visão superior (a) e lateral (b). 26
- Figura 2.4. Imagem de AFM mostrando os degraus atômicos formados na superfície do InP devido ao desvio de 0.2° em relação ao planos (100) no corte do cristal 26
- Figura 2.5. Ilustrações de discordâncias do tipo aresta (a) e espiral (b) mostrando o vetor de Burgers associado a cada uma delas, em azul; e a linha da discordância em verde. 28
- Figura 2.6. Exemplo de parte de um loop de discordâncias, apresentando caráter misto, no ponto A a discordância é do tipo espiral e no ponto C ela é puramente do tipo aresta. 28
- Figura 2.7. Projeção do plano $\{110\}$ do InP. As linhas horizontais estão alinhadas com os planos $\{111\}$ destacando os dois tipos de movimento de uma discordância: escorregamento (*glide*) e araste (*shuffle*). 29
- Figure 2.8. Indentação com ponta Vickers no GaAs feita à 350° C com força de 1N. Fissuras podem ser observadas ao longo das direções $\langle 110 \rangle$. Um padrão assimétrico é observado, na direção $[-110]$ os braços de roseta são curtos e densos (BB'), enquanto na direção $[110]$ eles são longos e menos densos (AA')²⁰. 31
- Figura 2.9. Diagrama mostrando um defeito de macla introduzido por uma tensão τ . Em (a) o cristal ainda não deformado. Em (b) o defeito já formado. Círculos abertos representam os átomos que não mudaram de posição e círculos cheios representam as posições finais dos átomos. 32

- Figura 3.1. Representação esquemática da deformada plasticamente devido a uma indentação. 34
- Figura 4.1. Curvas típicas de força versus profundidade de penetração em indentações, caracterizando o regime elástico (a) e plástico (b). 40
- Figura 4.2 - (a) Seção transversal de indentação com ponta esférica de raio R mostrando a força máxima P_{max} , a profundidade de penetração atingida com essa força h_{max} , e a profundidade de contato h_c . (b) Representação de uma curva de indentação identificando as constantes descritas em (a), e como é feito o cálculo da rigidez S. 41
- Figura 4.3. Foto do indentador Triboscope utilizado. 42
- Figura 4.4. Esquema mostrando o transdutor força/deslocamento capacitivo de três placas paralelas utilizado no nanoindentador Triboscope da Hysitron. 43
- Figura 4.5. Função de força de três segmentos 5/2/5 utilizada para as indentações. O primeiro segmento que dura 5 segundos é de carga; atingindo a força máxima P_{max} , a ponta fica parada por 2 segundos (hold) no segundo segmento; e finalmente no terceiro segmento a força é descarregada durante 5 segundos. 44
- Figura 4.6. Função de força de carga-descarga parcial. Múltiplos segmentos de carga e descarga são aplicados a fim de se obter um perfil das propriedades mecânicas em função da profundidade. 45
- Figura 4.7. (a) Imagem da ponta Berkovich padrão (Hysitron). (b) Esquema do cristal de diamante em forma de uma pirâmide com 3 faces. (c) A ponta utilizada vista através de microscopia ótica. 46
- Figura 4.8. (a) Modelo do cristal de diamante em forma de uma pirâmide com 4 faces, com sua extremidade desbastada a fim de adquirir um caráter esférico. (b) A ponta conosférica utilizada vista com MEV. 46
- Figura 4.9. Função de área das pontas Berkovich (a) e conosférica (b). Os dados obtidos na calibração são ajustados pela função: $A(h_c)=C_0.h_c^2+C_1.h_c+C_2.h_c^{1/2}+C_3.h_c^{1/4}+C_4.h_c^{1/8}+C_5.h_c^{1/16}$ com os coeficientes indicados nos gráficos. No gráfico de função de área da ponta conosférica, a linha contínua mostra a função de área teórica para uma ponta esférica. 47

- Figura 4.10. Segundo segmento da função de força utilizado para estimar a resolução em força do nosso equipamento devido ao ruído ambiente. 48
- Figura 4.11. Gráfico da profundidade de penetração versus o tempo, no segundo segmento da indentação, utilizado para estimar a resolução em deslocamento do nosso equipamento devido ao ruído ambiente. 49
- Figura 4.12. Gráfico da força resultante sofrida devido a interação entre dois átomos em função da distancia entre eles. 50
- Figura 4.13. Esquema de funcionamento do microscópio de força atômica. 51
- Figura 4.14. Microscópio de força atômica Veeco. 52
- Figura 4.15. Imagens em microscopia ótica de duas pontas, uma de silício (a) mostrando a medida das dimensões do *cantilever*, em (b) imagem um perfil da ponta de diamante. 53
- Figura 4.16. (a) Dimensões da ponta de diamante utilizada nas medidas de nanoindentação com AFM, montada sobre *cantilever* de aço inoxidável. (b) Esquema do cristal de diamante em forma piramidal com suas três faces nos planos {100}. (c) A ponta vista através de MEV. 54
- Figura 4.17. Nessa figura podemos observar uma imagem de microscopia eletrônica de varredura da amostra de CrN (a) e do cristal de diamante (c) que compõe a ponta utilizada. Uma imagem de AFM da superfície do CrN que foi utilizada para a deconvolução da geometria da ponta (b), assim como um gráfico 3-D da geometria da ponta construída a partir da imagem de AFM, seguindo o modelo de Villarubia (d). 55
- Figura 4.18. Curva gerada pelo AFM do deslocamento da cerâmica piezométrica (ΔZ) em função da deflexão vertical do cantilever medida pelo fotodetector em Volts (ΔV). Os estágios de deflexão do cantilever em cada parta da curva estão desenhados na figura. 56
- Figura 4.19. Curvas de carga resultantes de indentações com AFM utilizadas para calibração do sistema. Pode-se notar a curva da safira, que apresenta comportamento vertical, caracterizando um material como infinitamente duro. 57

- Figura 4.20. Rotina do LabView para aquisição em tempo real do sinal do AFM durante uma indentação e posterior montagem da curva de força desta. 58
- Figura 4.21. Curva de força resultante de uma nanoindentação com o AFM em um polímero. 58
- Figura 5.1. Sensibilidade normalizada do *cantilever* versus o módulo de elasticidade para diferentes *cantilevers* ((□) *cantilever* triangular da ponta de Si₃N₄ mostrado em (a); (●) *cantilever* de Si utilizado para medidas no modo de tapping (b) e; (Δ) *cantilever* de aço inoxidável com ponta de diamante (c)). 62
- Figura 5.2. Curvas de nanoindentação com o sistema Triboscope para o PMMA (a) e para o InP (b), realizadas com a ponta conossférica. 63
- Figura 5.3. Curvas de nanoindentação com AFM para o PMMA (círculos) e para o InP (triângulos) medidas com a ponta de diamante. As curvas de carga são representadas pelos símbolos abertos, e as de descarga pelos sólidos. 64
- Figura 5.4. Curvas de nanoindentação com AFM do PMMA. (a) Curva de força no regime de deformação elástica. (b) Movimento vertical versus lateral do feixe de laser no detector adquirido durante a indentação mostrada em (a). (c) O regime de deformação plástica é alcançado na curva de nanoindentação no PMMA, assim como o respectivo movimento do laser é apresentado em (d). O movimento do laser é diretamente relacionado à deflexão do *cantilever*. 65
- Figura 5.5. Curvas de nanoindentação com AFM do InP. (a) Curva de força no regime de deformação elástica. (b) Movimento vertical versus lateral do feixe de laser no detector adquirido durante a indentação mostrada em (a). (c) O regime de deformação plástica é alcançado na curva de nanoindentação no InP, assim como o respectivo movimento do laser é apresentado em (d). O movimento do laser é diretamente relacionado à deflexão do *cantilever*. 66
- Figura 5.6. Estimativa da área projetada de contato (A) para uma ponta esférica durante a indentação, e as equações do raio (r) da área projetada de contato em função do raio de curvatura da ponta

- (R) e da profundidade de penetração (h), e da área destacada A. 68
- Figura 6.1. Espectros de XPS de alta resolução na região das energias de ligação dos átomos de P (a) e In (b). 74
- Figura 6.2. Curva de força resultado de nanoindentações na superfície do InP (100) no regime elástico (a), e a imagem de AFM da impressão residual correspondente (b). A curva no regime plástico e a imagem de AFM de sua impressão residual em (c) e (d) respectivamente. Círculos fechados representam a parte de carga da curva, enquanto a descarga é representada pelos círculos abertos. 76
- Figura 6.3. Imagens de AFM de indentações que apresentaram um regime elástico, sob diferentes forças e seus respectivos perfis topográficos: (a) 100, (b) 110, (c) 120 e (d) 155 μN . Todas as imagens e perfis estão com a mesma escala mostrada na figura inferior. 78
- Figura 6.4. Valores da pressão máxima de contato versus a profundidade de contato para o InP medida através do método de carga-descarga parcial. Cada valor foi calculado tomando a razão entre a força e a área projetada de contato. 79
- Figura 6.5. Detalhe do início da curva de MCP versus profundidade de contato. Os círculos abertos são os valores calculados a partir da curva de nanoindentação, e os círculos fechados são os valores encontrados para MCP incluindo uma correção de 3 nm na profundidade de contato. 80
- Figura 6.6. Imagens de AFM da impressão residual de uma indentação com força de 125 μN de força máxima, no regime elástico segundo a resolução do equipamento. (a) A deformação logo depois da indentação. (b) A mesma área após ataque químico para remoção da camada de oxido nativo do InP. Ambas imagens tem a mesma escala em z. de 0 a 2 nm. 81
- Figura 6.7. Gráficos da profundidade da indentação, altura do *pile-up* e diâmetro total da impressão residual em função da força utilizada na indentação. As medidas foram feitas através das imagens de AFM. 82
- Figura 6.8. Imagens de AFM de indentações realizadas com força máxima de 120 μN e velocidade de indentação de (a) 5 $\mu\text{N/s}$ e (b) 50 $\mu\text{N/s}$. 83

- Figura 6.9. Curva de força resultado de nanoindentações na superfície do GaAs (100) no regime elástico (a), e a imagem de AFM da impressão residual correspondente (b). A curva no regime plástico e a imagem de AFM de sua impressão residual em (c) e (d) respectivamente. Círculos fechados representam a parte de carga da curva enquanto a descarga é representada pelos círculos abertos. 85
- Figura 6.10. Curva de MCP versus profundidade de contato para o GaAs. Os círculos abertos são os valores calculados a partir da curva de nanoindentação, e os círculos fechados são os valores encontrados para MCP incluindo uma correção de 3 nm na profundidade de contato. 86
- Figura 7.1. Direções de alinhamento da ponta Berkovich nas medidas realizadas. Em (a) uma das quinas da ponta está alinhada com a direção [01-1] do InP e em (b) a ponta está alinhada com a direção [100]. 91
- Figura 7.2. Curvas de força resultantes de indentações com ponta Berkovich, com força máxima atingida de (a) e (d) 80 μ N, (b) e (e) 120 μ N, (c) e (f) 800 μ N. As curvas (a), (b) e (c) foram realizadas com a ponta alinhada na direção [100] e as curvas (d), (e) e (f) com a ponta alinhada na direção [01-1] do cristal de InP. 92
- Figura 7.3. Curvas de indentações na superfície do InP (100) no regime elástico (a), e a imagem de AFM da impressão residual correspondente (b). A curva no regime plástico e a imagem de AFM de sua impressão residual em (c) e (d) respectivamente. Círculos fechados (●) representam a parte de carga da curva enquanto a descarga é representada pelos círculos abertos (○). 93
- Figura 7.4. Gráfico do (a) módulo de elasticidade e (b) dureza medidos do InP utilizando a ponta Berkovich alinhada em diferentes direções. Círculos fechados (●) apresentam os valores medidos para a ponta alinhada com a direção <110> do cristal, e quadrados vazados (□) valores calculados para a ponta alinhada com a direção <100>. 94

- Figura 7.5. Imagem de AFM de deformações causadas no InP quando indentado com força de 3000 μN . Em (a) a ponta Berkovich foi alinhada com a direção $\langle 110 \rangle$ e em (b) ela foi alinhada com a direção $\langle 100 \rangle$ do cristal. 95
- Figura 7.6. Imagens do sensor do AFM das indentações apresentadas na figura 7.5. 96
- Figura 7.7. (a) Detalhe da imagem de AFM mostrando uma indentação com fissuras aparentes ao redor desta. (b) perfil de altura utilizado para estimar a altura de uma fissura. 100
- Figura 7.8. Esquema mostrando o substrato de InP ressaltando seus planos e direções cristalinas. 100
- Figura 8.1. Foto do FIB utilizado nessa tese. (ASU, Arizona 10/2008) 104
- Figura 8.2. Processo utilizado para corte da seção transversal das indentações. Primeiramente uma camada de platina é depositada sobre a região de análises utilizando feixe de elétrons (a) e após, feixe de íons (b). Cortes começam ser feitos utilizando feixe de íons de silício (c) e (d). 105
- Figura 8.3. Processo de *lift-out* da seção transversal das indentações. A fatia já pronta para ser retirada da amostra (a), é ‘colada’ a uma agulha em sua extremidade utilizando um depósito de platina, e o pedaço é totalmente solto da amostra (b). Ele é então levado até um suporte para que seja analisado no TEM (c). Para fixar o pedaço no suporte é utilizado depósito de platina novamente, como se vê no detalhe (d). 105
- Figura 8.4. Imagem de SEM mostrando a fatia da seção transversal da indentação já pronta para microscopia eletrônica de transmissão. Em (b), um detalhe do perfil da indentação de um lado da fatia, e (c) do outro lado da mesma. O diâmetro do perfil da indentação era medido constantemente de modo que, ao final do processo de afinamento, apresentasse o mesmo valor em ambos os lados da seção transversal. 106
- Figura 8.5. Foto do TEM utilizado nessa tese. (ASU, Arizona 10/2008) 106
- Figura 8.6. Padrão de difração referente ao plano $\{110\}$. Na figura (a) estão destacados os planos correspondentes aos feixes difratados. Em (b), está apresentada a condição de dois feixes com vetor $\mathbf{g} = 220$. 107

- Figura 8.7. Curvas de força resultantes de indentações com ponta conosférica com força máxima atingida de (a) 100 μ N, (b) 195 μ N, (d) 640 μ N, (e) 1730 μ N e (e) 4460 μ N. Todas as indentações foram realizadas utilizando o tempo de carga e descarga de 5 segundos cada. 108
- Figura 8.8. Impressão residual de indentações utilizando forças de (a) 100 μ N, (b) 195 μ N, (c) 640 μ N, (d) 1730 μ N e (e) 4460 μ N. A linha superior apresenta imagens do sensor e a inferior, da topografia correspondente, tendo a escala em z de (a), (b) e (c) vai de 0 à 4.9 nm; de 0 à 14.3 nm e de 0 à 29.5 nm nas imagens (d) e (e) respectivamente. A figura (a) apresenta deformação plástica na camada de óxido nativo e elástica no InP; enquanto as outras apresentaram todas deformação plástica no InP. 110
- Figura 8.9. Imagens em 3-d das indentações realizadas utilizando forças de (a) 100 μ N, (b) 1730 μ N e (c) 4460 μ N. 111
- Figura 8.10. Rachadura e fissuras observadas na indentação com força máxima de 5000 μ N, na imagem do sensor (a) e de topografia (b). 112
- Figura 8.11. Gráfico do número de fissuras observadas em função da força máxima atingida no teste de indentação. A imagem no gráfico mostra um exemplo de uma das indentações com suas fissuras e rachadura. 113
- Figura 8.12. Micrografia de campo claro de TEM da seção transversal de uma indentação realizada com força máxima de 640 μ N. Foi utilizada uma condição de dois feixes ($g = [111]$) para realçar o contraste das discordâncias ao longo dos planos $\{111\}$. Pode-se observar na superfície da indentação as duas camadas de platina depositadas utilizando feixe de elétrons Pt₁ e de íons Pt₂. 113
- Figura 8.13. Micrografia de campo claro de TEM da seção transversal da indentação realizada com força máxima de 4460 μ N. As discordâncias horizontais que aparecem na imagem estão indicadas pela seta. 114
- Figura 8.14. Detalhe da região deformada na borda da impressão residual na micrografia de TEM (a), e no perfil da imagem de AFM destacando a extensão lateral do pile-up (b). 115

Figura 8.15. Ajuste de uma função $P= A.h^m$ na curva de força no regime de deformação elástica do InP.	116
Figura 8.16. Ajuste do modelo de Hertz para a curva de força antes do acontecimento do <i>pop-in</i> .	117
Figura 8.17. Indentação no PMMA (a) e no InP (b). As direções da ponta e da imagem foram mantidas constantes, mostrando o caráter facetado da ponta conoesférica em indentação com profundidade maiores do que $R/3$.	120
Figura 8.18. (a) Detalhe de uma indentação realizada com força de 5000 μN , destacando uma fissura. Em (b) é mostrado o perfil da fissura.	121
Figura 8.19. Imagem de TEM da indentação realizada com força de 640 μN destacando as formas e dimensões observadas na análise.	122
Figura 8.20. Imagens de TEM da indentação apresentada na figura 8.13 com diferentes vetores \mathbf{g} .	124
Figura 8.21. Micrografias de TEM de indentações realizadas com força máxima de 8000 μN e velocidade de indentação de (a) 40 nm/s e (b) 2350 nm/s.	125
Figura 8.22. Imagem de AFM de uma indentação atacada quimicamente. A escala em z da imagem varia de 0 à 24.5 nm.	126

Lista de tabelas

Tabela 2.1. Vetores de Burgers correspondentes ao escorregamento dos diferentes planos {111} através de discordâncias perfeitas e as respectivas dissociações destas em discordâncias parciais.	30
Tabela 4.1. Valores calculados das frequências de ressonância e constante de mola das pontas utilizadas nesta tese.	54
Tabela 6.1. Os compostos óxidos do InP identificados nos espectros de XPS e suas respectivas energias de ligação na região de energia do fósforo e do índio.	75
Tabela 7.1. Valores medidos de módulo de elasticidade e dureza do InP com a ponta Berkovich alinhada em diferentes direções.	95
Tabela 8.1. Valores das constantes das curvas de indentação apresentadas na figura 8.7.	109
Tabela 8.2. Valores medidos através das imagens de AFM de diâmetro e profundidade das indentações, altura do <i>pile-up</i> ao redor delas e do diâmetro total da deformação incluindo o diâmetro do anel de <i>pile-up</i> .	111