

Paula Galvão Caldas

A natureza da deformação plástica em semicondutores III-V resultante da nanolitografia por microscopia de força atômica

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Física da PUC-Rio.

Orientador: Rodrigo Prioli Menezes

Rio de Janeiro Junho de 2011



Paula Galvão Caldas

## A natureza da deformação plástica em semicondutores III-V resultante da nanolitografia por microscopia de força atômica

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Física da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

> Prof. Rodrigo Prioli Menezes Orientador Departamento de Física - PUC-Rio

Prof. Maurício Pamplona Pires UFRJ

Prof. Sidnei Paciornik Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio

> Profa. Renata Antoun Simão COPPE - UFRJ

Prof. José Eugenio Leal Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico - PUC-Rio

Rio de Janeiro, 17 de junho de 2011

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

#### Paula Galvão Caldas

Graduou-se em Física na Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio em 2008. Atualmente é aluna de doutorado na PUC-Rio.

Ficha Catalográfica

Caldas, Paula Galvão

A natureza da deformação plástica em semicondutores III-V resultante da nanolitografia por microscopia de força atômica / Paula Galvão Caldas ; orientador: Rodrigo Prioli Menezes. – 2011.

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

Dissertação (mestrado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Física, 2011. Inclui bibliografia

1. Física – Teses. 2. Defeitos mecânicos. 3. Semicondutores III-V. 4. Nanolitografia. 5. Microscopia de força atômica (AFM). I. Menezes, Rodrigo Prioli. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Física. III. Título.

CDD: 530

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0912571/CA

Ao meu pai Luiz Sérgio

### Agradecimentos

Ao Prof. Rodrigo Prioli, pela orientação e conhecimento passado, pela compreensão e sabedoria, e por todo empenho e dedicação.

Ao Prof. Fernando Ponce, e aos seus alunos, cuja colaboração foi essencial para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores do Departamento de Física da PUC-Rio, pelos cursos ministrados desde a Graduação, indispensáveis para a realização desse trabalho.

Aos funcionários do Departamento de Física da PUC-Rio, sempre disponíveis a ajudar.

Ao CNPq e à PUC-Rio pelos auxílios concedidos.

Aos meus amigos do "cavernão", pelas conversas, almoços e risadas, em especial a Rafael C. e Rafael M., pela amizade e companheirismo desde a Graduação. À Eric Cardona, pela amizade ao longo dos anos.

À Clara Almeida, que me auxiliou nos primeiros passos no laboratório, sempre gentil e disponível. À Elizandra, pela sempre agradável companhia no laboratório.

À minha mãe, pelo apoio constante, compreensão e amor incondicional.

Ao Fábio, meu amor e companheiro, pela paciência e palavras de conforto nos momentos difíceis.

À todos os meus amigos, que me incentivaram e me apoiaram em todos os momentos.

À Deus, sempre presente.

#### Resumo

Caldas, Paula Galvão; Menezes, Rodrigo Prioli. A natureza da deformação plástica em semicondutores III-V resultante da nanolitografia por microscopia de força atômica. Rio de Janeiro, 2011. 79p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Neste trabalho foi estudada a deformação mecânica em semicondutores III-V resultante da nanolitografia por microscopia de força atômica (AFM). O AFM, equipado com uma ponta de diamante de raio de curvatura de 80 nm, foi usado para riscar a superfície do InP com forças da ordem de dezenas de mN ao longo de direções cristalográficas específicas. O padrão litografado na superfície foi caracterizado com o uso do AFM, enquanto uma análise da microestrutura do material foi feita com o uso da microscopia eletrônica de transmissão (MET). Foi realizado um estudo da deformação mecânica ao riscarmos o InP (100) com o uso do AFM utilizando forças normais variando de 7  $\mu$ N a 120  $\mu$ N e em direções cristalográficas das famílias <110> e <100>. Foi visto por MET, que é mais fácil produzir deformação plástica para riscos feitos na direção <110> do que na direção <100>, o que associamos à diferença na orientação dos vetores de Burgers ativados para os planos de escorregamento do InP para riscos ao longo das diferentes direções. Foi realizado também um estudo da influência da distância entre dois riscos consecutivos, feitos com o uso do AFM com força normal de 30 µN, no endurecimento por deformação plástica. Um significante endurecimento foi observado para distâncias entre riscos menores que 80 nm indicando que ocorre travamento entre discordâncias geradas por sucessivos riscos a distâncias menores que 80 nm.

#### Palavras-chave

Física; Defeitos mecânicos; semicondutores III-V; nanolitografia; AFM.

Caldas, Paula Galvão; Menezes, Rodrigo Prioli (Advisor). The nature of plastic deformation of III-V semiconductors resulting from atomic force microscopy nanolithography. Rio de Janeiro, 2011. 79p. MÙc. Dissertation - Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

In this work, the mechanical deformation of III-V semiconductors resulting from atomic force microscopy (AFM) nanolithography was studied. The AFM, equipped with a diamond tip with 80nm radius, was used to scratch the InP surface with forces in the order of tens of mN along specific crystallographic directions. The pattern lithographed at the surface was characterized by AFM, while the material microstructure analyzes was performed by transmission electron microscopy (TEM). We studied the mechanical deformation of InP (100) produced by the AFM with forces in the range of  $7\mu$ N to 120  $\mu$ N along directions from the <110> and <100> families. It was observed by TEM that, it is easier to produce plastic deformation for scratches along the <110> than along the <100> directions, which was associated to the different orientations of the Burgers vectors activated for the InP slip planes for the scratches along the different directions. The influence of the distance between two scratches, performed with a normal force of 30 µN on the materials hardening process was performed as well. Significant hardening was observed at distances between scratches of 80nm or less suggesting that locking due to dislocation interaction is occurring at parallel scratches at distances smaller than 80nm.

### **Keyswords**

Physics; Mechanical defects; semiconductors III-V; nanolithography; AFM.

## Sumário

1 Introdução	14
2 Características e propriedades de um sistema cúbico	17
2.1. Estrutura cristalina	17
2.2. Deformações em materiais cristalinos	20
3 Técnicas experimentais	28
3.1. Características dos substratos de InP	28
3.2. O microscópio de força atômica (AFM)	29
3.2.1. O funcionamento do AFM	29
3.2.2. O AFM usado	32
3.3. O microscópio eletrônico de transmissão (MET)	35
3.3.1. O funcionamento do MET	35
3.3.2. Preparação das amostras para o MET	39
4 A física da nanolitografia em semicondutores cúbicos	40
4.1. Introdução	40
4.2. Procedimentos experimentais	40
4.3. Resultados	42
4.4. Análise dos resultados	47
4.5. Conclusões	51
5 O endurecimento provocado pela deformação plástica	53
5.1. Introdução	53
5.2. Procedimentos experimentais	54
5.3. Resultados	55
5.4. Discussão dos Resultados	61
5.5. Conclusões	62
6 Conclusões	64

Referências	66
Apêndice	68
Apêndice1 Script usado para criação dos padrões litografados na	
superfície	68

# Lista de figuras

Figura 2.1 – Esquema mostrando como uma estrutura cristalina	
pode ser descrita pela combinação de uma base e de uma	
rede.	17
Figura 2.2 - (a) A estrutura zincblende vista como redes CFC	
intercaladas. (b) Célula unitária da estrutura zincblende.	19
Figura 2.3-Esquema mostrando os principais planos de um sistema	
cúbico.	19
Figura 2.4-Esquema mostrando uma rede cúbica com	
discordâncias tipo (a) aresta e (b) parafuso.	21
Figura 2.5-Esquema mostrando uma rede cúbica com uma	
discordância tipo mista.	22
Figura 2.6 – Esquema mostrando uma rede cúbica com uma	
discordância em curva. Em A a discordância é tipo	
parafuso, em B a discordância é tipo aresta e na parte	
curva, entre A e B, a discordância é mista. Modificado da	
referência 21.	22
Figura 2.7 – Esquema mostrando como o movimento de uma	
discordância (a) aresta e (b) parafuso produz deformação	
plástica permanente no material.	23
Figura 2.8 – Esquema mostrando o cálculo da tensão cisalhante	
resolvida devido à força normal e devido à força lateral.	25
Figura 2.9 – Esquema mostrando a dureza definida por Brinell e	
Meyer.	26
Figura 2.10 - Representação esquemática da geometria do risco.	
(a) Formato da ponta, com raio R, mostrando a força	
aplicada $F_N$ e a força lateral $F_L$ , profundidade máxima do	
risco $h_{MAX}$ , e profundidade final do risco $h_F$ . (b) Vista de	
cima do risco mostrando a largura w <sub>MAX</sub> do risco ao	
alcançar a profundidade máxima, e a largura final w <sub>f</sub> após a	
recuperação elástica do material.	27

Figura 3.1 - (a) Foto de um substrato de InP semelhante aos	
utilizados nessa dissertação mostrando sua orientação	
cristalina. (b) e (c) Diagramas esquemáticos com os planos	
e orientações cristalinas dos substratos usados.	29
Figura 3.2 - Esquema mostrando o funcionamento do AFM.	30
Figura 3.3 - Gráfico da força de interação entre dois átomos em	
função da distância e sua correlação com os modos de	
operação do AFM.	31
Figura 3.4 - Foto do AFM usado nessa dissertação, instalado no	
Laboratório Van de Graaf na PUC-Rio.	32
Figura 3.5 – (a) Imagem do <i>cantilever</i> utilizado tomada em	
microscópio óptico com um aumento de 200 vezes, (b)	
Imagem de microscopia eletrônica do grão de diamante e	
(c) Esquema mostrando algumas direções cristalinas da	
ponta.	33
Figura 3.6 - Curva de força obtida pelo AFM a partir da qual se	
calcula o valor da sensibilidade em V/nm e nos permite	
calcular a deflexão do cantilever em nanômetros.	34
Figura 3.7 - Esquema mostrando os dois modos de operação do	
MET.	36
Figura 3.8 - Foto do MET utilizado nessa dissertação.	38
Figura 3.9 - Processo de corte da seção transversal de um conjunto	
de indentações.	39
Figura 4.1 - Imagens de TEM mostrando a estrutura dos defeitos	
gerados por riscos feitos ao longo da direção (a) <100> e	
(b) <110>. As imagens foram feitas com um vetor de	
difração $g = (002)$ .	41
Figura 4.2–(a) Esquema mostrando o padrão de riscos feitos no	
substrato de InP. (b) Imagem de AFM do padrão de riscos.	42
Figura 4.3 – Esquema mostrando as mudanças no regime de	
deformação ao aumentarmos a força normal aplicada	40
durante o processo de risco.	43
⊢igura 4.4 - Imagens de MEI mostrando a comparaçao entre a	

estrutura dos defeitos para riscos feitos ao longo das duas	
direções, usando diferentes forças.	44
Figura 4.5 – Perfis obtidos de imagens de AFM de riscos feitos com	
diferentes forças e ao longo de diferentes direções.	45
Figura 4.6 - Gráfico da profundidade dos riscos em função da força	
normal aplicada.	45
Figura 4.7 – Imagens de AFM de riscos feitos com diferentes forças	
e ao longo de diferentes direções.	46
Figura 4.8 - Esquema mostrando a geometria dos planos de	
escorregamento do InP ao riscar ao longo da direção	
<100>.	48
Figura 4.9 - Esquema mostrando a geometria dos planos de	
escorregamento do InP ao riscar ao longo da direção	
<110>.	49
Figura 4.10 - Imagens dos defeitos gerados por riscos feitos com	
uma força normal de 120 µN ao longo das direções (a)	
<110> e (b) <100>. (c) Imagem magnificada mostrando	
uma quantidade do material empurrada em direção à	
superfície.	50
Figura 5.1 - Nanoestruturas crescidas ao longo da direção (a)(b)	
<110> e da direção (c)(d) <100>. <sup>18</sup>	55
Figura 5.2 - Vista de cima da geometria dos riscos. A ponta do AFM	
foi movimentada para frente e para trás formando um	
padrão de linhas em ziguezague, com um ângulo de	
0.2°entre as linhas. Os riscos foram feitos ao longo das	
direções (a) <100> e (b) <110>. As lâminas do MET foram	
seccionadas perpendicularmente à direção dos riscos	
comoindicado.	55
Figura 5.3 – Imagens de AFM do padrão de linhas feito ao longo	
das duas direções cristalográficas: (a) <100> e (b) <110>.	
Imagens foram feitas da quina superior (c) e (f), da quina	
inferior (e) e (h) e do meio dos padrões (d) e (g).	56
Figura 5.4 - Morfologia de uma superfície de InP após um processo	

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0912571/CA

de risco ao longo da direção (a) <110> e (b) <100>. Imagens de AFM de dois conjuntos de riscos em cada padrão: o primeiro (seta cinza) mais profundo do que o segundo (seta preta).

- Figura 5.5 Perfis de altura obtidos com o uso do AFM de regiões do padrão de riscos feitos ao longo da direção <110> com distâncias entre dois riscos consecutivos de (a) 40 nm e (b) 120 nm, mostrando as profundidades relativas dos dois conjuntos de riscos.
- Figura 5.6 (a) Imagem de MET de riscos feitos ao longo da direção <110> mostrando uma configuração tipo borboleta, que ocorre quando a rede é rotacionada na direção do avanço do risco. Uma camada protetora de platina/ouro foi depositada na preparação das amostras para o TEM e melhora a morfologia dos riscos nessa imagem. (b) Imagem de MET de riscos ao longo da direção <100> mostrando loops de discordâncias que podem ser mais bem visualizados na imagem magnificada (c). Um diagrama esquemático mostrando a posição dos riscos e a distribuição das discordâncias é visto em (d). As imagens foram feitas usando a condição de difração q = (220) que aumenta o contraste das discordâncias.
- Figura 5.7 Resistência ao risco H<sub>S</sub> do InP (100) em função da distância entre riscos subseqüentes, para riscos feitos ao longo das direções <100> e <110> com uma força normal de 30μN.

59

60

56

57