

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

INSTITUTO DE FÍSICA

Relaxação estrutural de camadas pseudomórficas de
SiGe/Si(100) induzida pela implantação iônica de
He ou Si e tratamento térmico[†]

Márcio José Mörschbacher

Tese elaborada sob orientação do Prof.
Dr. Paulo F. P. Fichtner e apresentada ao
Instituto de Física da UFRGS como
requisito final à obtenção do título de
Doutor em Ciências.

PORTO ALEGRE – 2005

[†]Trabalho parcialmente financiado por CNPQ, CAPES e FINEP (PRONEX).

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

aos meus pais Evaldo e Maria Ana

à minha família

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Paulo F. P. Fichtner pela orientação, estímulo, amizade, dedicação e valiosas discussões. Também agradeço pelo ensinamento da técnica de TEM.

Ao Prof. Dr. Moni Behar pelos ensinamentos das técnicas relacionadas com feixe de íons.

Ao Prof. Dr. Fernando Zawislak pelo apoio, pelos conselhos e incentivos em todos os momentos deste trabalho.

Às secretárias Wanda, Luíza, Silvana e Lúcia pela ajuda e eficiência.

Ao corpo técnico do laboratório de implantação iônica: Agostinho, Paulo Borba, Manoel, Miro, Ivo Belo (*in memoriam*) e Peco; à Aline e à Marines, do centro microscopia eletrônica, e ao Waldomiro, da reprografia. Todos contribuíram diretamente para a realização da presente tese.

Aos colegas do curso, em especial aos do grupo de implantação iônica, pela amizade e agradável convivência ao longo destes anos.

In addition, I would also like to acknowledge the support from the Group of Prof. Dr. Siegfried Mantl from the Forschungszentrum Jülich (Dr. Bernd Holländer, Dr. Dan Buca, Dra. Martina Luysberg, Norbert Hueging and Steffi Lenk) where the project was originated and developed in collaboration via the PROBRAL Program.

Sumário

Introdução	1
1. Propriedades do sSi e do SiGe/Si	4
1.1 – Propriedades eletrônicas do sSi	4
1.2 – Propriedades estruturais do SiGe/Si	7
1.2.1 – Camadas epitaxiais de SiGe pseudomórfico	7
1.2.2 – Camadas epitaxiais relaxadas ou parcialmente relaxadas	8
1.2.3 – Mecanismos de relaxação	10
1.3 – Métodos de produção de SiGe relaxado	11
2. Modificações microestruturais decorrentes da implantação de He e Si em alvos de Si e SiGe/Si	16
2.1 – Implantação Iônica	16
2.1.1 – Perda de energia de íons ao penetrarem na matéria	17
2.1.2 – Distribuição dos íons implantados	18
2.1.3 – Criação de danos por implantação iônica	20
2.2 – Evolução térmica de Si e SiGe/Si implantados com Si e He	23
2.2.1 – Implantações de He	23
2.2.2 – Implantações de Si	26
3. Técnicas experimentais	28
3.1 – Crescimento epitaxial de SiGe/Si(100)	28
3.2 – Implantação iônica	29
3.3 – Análise por feixe de íons	30
3.3.1 – Retroespalhamento Rutherford	31
3.3.2 – Retroespalhamento Rutherford em direção canalizada	34
3.3.3 – Detecção por recuo elástico	37
3.4 – Microscopia eletrônica de transmissão	39
3.5 – Microscopia de força atômica	42
4. Estudo da retenção de He em Si e SiGe/Si	43
4.1 – Resultados experimentais	43

4.1.1 – Efeito da energia e da fluência de implantação	46
4.1.2 – Efeito da temperatura de implantação	49
4.1.3 – Efeito da temperatura de recozimento	50
4.2 – Discussão	54
4.3 – Conclusões	62
5. Relaxação estrutural de SiGe/Si(100): Implantações de He	64
5.1 – Resultados experimentais	64
5.1.1 – Efeito da temperatura de recozimento	64
5.1.2 – Efeito da energia e da fluência de implantação	70
5.1.3 – Efeito da espessura das camadas de SiGe	80
5.1.4 – Medidas de rugosidade da superfície	83
5.1.5 – Uniformidade em bolachas de SiGe/Si	84
5.1.6 – Efeito da temperatura de implantação	85
5.2 – Discussão	93
5.3 – Conclusões	103
6. Relaxação estrutural de SiGe/Si(100): Implantações de Si	106
6.1 – Resultados experimentais	106
6.1.1 – Efeitos dos parâmetros de recozimento térmico	107
6.1.2 – Efeitos da fluência de implantação	111
6.1.3 – Efeitos da energia de implantação	113
6.2 – Discussão	116
6.3 – Conclusões	120
7. Conclusões e perspectivas	121
Referências	126
Anexo – Lista de publicações referentes à tese	134

Lista de Símbolos e Abreviaturas

% at.	concentração percentual atômica
Φ	fluência de implantação iônica
χ	fração de íons decanalizados
AFM	microscopia de força atômica
CVD	deposição química a partir da fase vapor (<i>chemical vapor deposition</i>)
ERD	detecção de partículas por recuo elástico (<i>elastic recoil detection</i>)
MBE	deposição por epitaxia de feixe molecular (<i>molecular beam epitaxy</i>)
MDs	discordâncias tipo <i>misfit</i>
MOS	metal-óxido-semicondutor (<i>metal-oxide-semiconductor</i>)
MOSFET	transistor de efeito de campo metal-óxido-semicondutor (<i>metal-oxide-semiconductor field effect transistor</i>)
PV-TEM	TEM de amostras em vista planar
RBS	espectroscopia de retroespalhamento Rutherford
RBS/C	espectroscopia de retroespalhamento Rutherford em direção canalizada
rms	valor médio quadrático (<i>root mean square</i>)
RTA	forno de Processamento Térmico Rápido (<i>Rapid Thermal Annealing</i>)
R_p	alcance médio projetado dos átomos implantados
ΔR_p	desvio padrão da distribuição de átomos implantados
R	grau de relaxação da camada de SiGe
RUMP	programa de simulação de espectros RBS (<i>Rutherford Universal Manipulation Program</i>)
sSi	Si biaxialmente tensionado
T_i	temperatura do substrato durante a implantação iônica
TDs	discordâncias tipo <i>threading</i>
TEM	microscopia eletrônica de transmissão
TRIM	programa de simulação de interações íon-alvo (<i>Transport of Ions in Matter</i>)
X-TEM	TEM de amostras em vista transversal

Resumo

O Si tensionado (sSi) é um material com propriedades de transporte eletrônico bastante superiores as do Si, sendo considerado como uma alternativa importante para a produção de dispositivos MOSFET (transistor de efeito de campo metal-óxido-semicondutor) de mais alta performance (e.g. frequências de operação $f > 100$ GHz). O sSi é obtido através do crescimento epitaxial de Si sobre um substrato de mesma estrutura cristalina, porém com parâmetro de rede diferente. Esta tese apresenta uma investigação detalhada de um novo método que possibilita a produção de camadas relaxadas de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ com espessuras inferiores a 300 nm, consideradas como a melhor alternativa tecnológica para a produção de sSi. Este método envolve a implantação de íons de He^+ ou de Si^+ em heteroestruturas pseudomórficas de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}(001)$ e tratamentos térmicos. Foram estudados os efeitos dos diversos parâmetros experimentais de implantação e tratamentos térmicos sobre o processo de relaxação estrutural, utilizando-se heteroestruturas pseudomórficas de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}(001)$ crescidas via deposição de vapor químico, com distintas concentrações de Ge ($0,19 \leq x \leq 0,29$) e com espessuras entre 70 e 425 nm.

Com base no presente estudo foi possível identificar diversos mecanismos atômicos que influenciam o processo de relaxação estrutural das camadas de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}(001)$. O processo de relaxação é discutido em termos de um mecanismo complexo que envolve formação, propagação e interação de discordâncias a partir de defeitos introduzidos pela implantação. No caso das implantações de He, por exemplo, descobrimos que podem ocorrer perdas de He durante as implantações e que este efeito influencia negativamente a relaxação de camadas finas. Além disso, também demonstramos que os melhores resultados são obtidos para energias e fluências de implantação que resultam na formação de bolhas planas localizadas no substrato de Si a uma distância da interface equivalente a uma vez a espessura da camada de SiGe. O grau de relaxação satura em 50% para camadas de SiGe com espessura < 100 nm. Este resultado é discutido em termos da energia elástica acumulada na camada de SiGe e da retenção de He. No caso de implantações de Si, discutimos a formação de defeitos tipo $\{311\}$ e sua transformação térmica em discordâncias. Este estudo resultou numa visão abrangente dos principais fatores limitantes do processo, bem como na otimização dos valores de parâmetros experimentais para a produção de camadas de SiGe com alto grau de relaxação e com baixa densidade de defeitos.

Abstract

Strained Si (sSi) is a new material presenting enhanced electronic transport properties as compared to standard Si. This material brings a promising alternative to expand the Si technology, enhancing the performance of MOSFET devices (e.g. working frequencies $f > 100\text{GHz}$). sSi can be obtained via epitaxial growth of thin Si layers deposited onto a substrate with similar crystalline structure, but with a slightly different lattice parameter. The present work introduces a detailed investigation about a new method to relax pseudomorphic $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ layers (thickness lower than 300 nm), so far considered as the best “virtual” substrate for deposition of sSi layers. This method involves He^+ or Si^+ ion implantation into pseudomorphic $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}(001)$ heterostructures followed by thermal annealings. The effects of the implantation and annealing parameters on the relaxation process are studied using heterostructures grown by chemical vapor deposition, with distinct Ge concentration ($0,19 \leq x \leq 0,29$) and thickness between 70 and 425 nm.

Several atomic mechanisms influencing the structural relaxation process of the $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ layers were investigated. The relaxation process is discussed in terms of a complex process involving nucleation, propagation and interaction of dislocations, which originates from specific defects introduced by ion implantation. In the case of He implantation, for example, we discovered that He losses occur during the implantations, which affects negatively the relaxation behavior. We also demonstrate that the best results are obtained for implantation energies and fluences leading to the formation of platelet-like bubble structures located in the Si substrate (i.e. underneath the SiGe/Si interface) at a depth corresponding to the SiGe layer thickness (t). For SiGe layers with $t < 100$ nm, the relaxation degree saturates in 50%. This result is discussed in terms of i) the accumulation of elastic energy of the SiGe layer with increasing thickness and Ge content, and ii) the He retention phenomenon. On the other hand, the results of Si implantations are discussed in terms of the formation of $\{311\}$ defects and their evolution into dislocation loops during thermal annealings. The study provides a general overview about the main factors and effects limiting the relaxation process, thus providing basic guidelines for the optimization of the experimental conditions leading to the production of SiGe/Si thin layers with high relaxation degree and low defect concentration.

Introdução

Apesar do germânio ter sido o material com o qual foi construído o primeiro transistor em 1947, o silício rapidamente passou a dominar o mercado de dispositivos microeletrônicos. Isso ocorreu não só devido as suas excelentes propriedades naturais, mas também devido a facilidade de crescimento/deposição de excelentes isoladores de Si, tais como o SiO_2 e o Si_3N_4 que formam sistemas estáveis e com interfaces apresentando baixa densidade de ligações incompletas. Todas essas peculiaridades fizeram com que a tecnologia baseada no Si predominasse sobre os demais materiais, mesmo os mais rápidos como o GaAs.

Ao longo dos anos a performance de dispositivos CMOS (*complementary metal oxide semiconductor*), que possuem o Si como material semicondutor, tem sido melhorada através da redução do tamanho físico de todos os componentes dos circuitos integrados. Entretanto, a redução em tamanho e aumento da frequência de operação está atingindo os limites da integridade das propriedades físicas dos materiais, acarretando excessivas correntes de fuga e altos consumos de energia, bem como os custos cada vez mais elevados devido a sofisticação dos processos de fabricação de dispositivos. Em consequência, novos materiais compatíveis com a tecnologia CMOS estão sendo investigados com o intuito de melhorar a performance de dispositivos. Dentre os novos materiais destaca-se o silício biaxialmente tensionado (sSi - *strained silicon*), isto é, Si com estrutura tetragonal, que possui uma maior mobilidade tanto para elétrons como para buracos [1-6]. O aumento da mobilidade dos elétrons no sSi ocorre devido ao decréscimo de sua massa efetiva no plano de tensionamento e à diminuição dos eventos de espalhamento nos entre-vaes da banda de condução. Assim, uma das vantagens do sSi frente ao Si é de que o sSi requer um valor mais baixo de campo elétrico para gerar a mesma velocidade de portadores, dissipando assim menos potência. Além disso, os transistores MOSFET com canal de

sSi apresentam valores mais elevados de corrente de saturação no dreno e são mais rápidos.

O método mais utilizado na obtenção de sSi é o crescimento epitaxial de Si sobre um substrato contendo uma camada de SiGe, denominada de substrato virtual. O Si se torna biaxialmente tensionado devido ao seu parâmetro de rede ser menor que o da liga de SiGe. A chave do problema está na produção de substratos virtuais com densidade de defeitos suficientemente baixa, pois os defeitos no substrato podem se propagar para a camada de Si tensionado, inutilizando o material para a confecção de dispositivos. O problema torna-se ainda mais complexo, pois atualmente ainda não se tem nenhuma tecnologia para crescer monocristais de SiGe. No momento, o método mais usual é o crescimento epitaxial de SiGe sobre substratos de Si cristalino. Contudo, de forma similar ao crescimento epitaxial de sSi/SiGe, as camadas epitaxiais de SiGe/Si mantêm o parâmetro de rede do substrato de Si no plano de crescimento. Portanto, para que estas heteroestruturas possam ser usadas como substratos virtuais para a produção de sSi será necessário relaxar a estrutura da camada de SiGe.

O objetivo do presente estudo é o de investigar um novo método de produção de camadas relaxadas de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}(100)$. O método consiste na implantação de íons de He^+ ou Si^+ em heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si(100) e tratamentos térmicos. A energia dos íons é escolhida de forma que os mesmos fiquem implantados preferencialmente no substrato de Si, próximos da interface com a camada de SiGe. A relaxação das camadas tensionadas de SiGe se dá através de um mecanismo complexo de nucleação, crescimento, propagação e interação de discordâncias durante tratamentos térmicos realizados após a implantação iônica. Variações sistemáticas dos parâmetros das implantações (energia, fluência e temperatura do alvo) e de tratamento térmico (temperatura) foram realizadas no intuito de maximizar o grau de relaxação e minimizar a densidade residual de defeitos em camadas de SiGe com diferentes espessuras e concentrações de Ge.

Parte dos estudos foi realizada no Centro de Pesquisas em Jülich, na Alemanha (no âmbito do projeto de cooperação CAPES-DAAD – PROBRAL), durante estágio de doutorado-sanduíche, no período de novembro de 2003 a maio de 2004. Os demais experimentos foram realizados no Laboratório de Implantação Iônica e no Centro de

Microscopia Eletrônica da UFRGS em Porto Alegre.

A caracterização estrutural das amostras foi realizada através das técnicas de análise de materiais por feixes de íons: retroespalhamento Rutherford (RBS), RBS em direção canalizada e detecção de partículas por recuo elástico (ERD). Amostras também foram investigadas através das técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e microscopia de força atômica (AFM).

A presente tese é composta por sete capítulos. O capítulo 1 traz uma breve revisão sobre as propriedades eletrônicas do sSi e as propriedades estruturais de camadas epitaxiais de SiGe/Si. Também são apresentados os principais métodos já desenvolvidos para produzir camadas relaxadas de SiGe, inclusive o método que está sendo investigado no presente trabalho. O capítulo 2 apresenta os principais conceitos relativos a modificação de materiais por implantação iônica e recozimentos térmicos, com enfoque em íons de He e Si implantados em substratos de Si ou SiGe/Si. Uma síntese das técnicas experimentais usadas na produção, modificação e caracterização das camadas de SiGe/Si é descrita no capítulo 3. O capítulo 4 apresenta os resultados experimentais e discussões sobre a retenção de átomos de He implantados em matrizes de Si e SiGe/Si. Os capítulos 5 e 6 tratam da relaxação de camadas pseudomórficas de SiGe sobre substratos de Si via implantação de He^+ e Si^+ , respectivamente, e recozimento térmico. A tese é finalizada no capítulo 7, onde são feitas as conclusões gerais e comentadas algumas perspectivas de continuidade do trabalho.

Capítulo 1

Propriedades do sSi e do SiGe/Si

O objetivo deste capítulo é o de apresentar uma breve introdução sobre as propriedades eletrônicas do Si tensionado (sSi) e das propriedades estruturais de camadas epitaxiais pseudomórficas e relaxadas de SiGe/Si. Os métodos mais comuns de produção de camadas de SiGe/Si, inclusive o método usado no presente trabalho, também serão apresentados.

1.1 – Propriedades eletrônicas do sSi *

Quando uma camada fina (10 a 20 nm) de Si é epitaxialmente crescida sobre a superfície de um substrato de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, o parâmetro de rede da camada de Si segue o do substrato de SiGe na direção do plano de crescimento. Devido ao parâmetro de rede do Si ser menor que o do SiGe (secção 1.2), a camada de Si se tornará biaxialmente tensionada. Esta situação está ilustrada na figura 1.1(a). A figura 1.1(b) apresenta

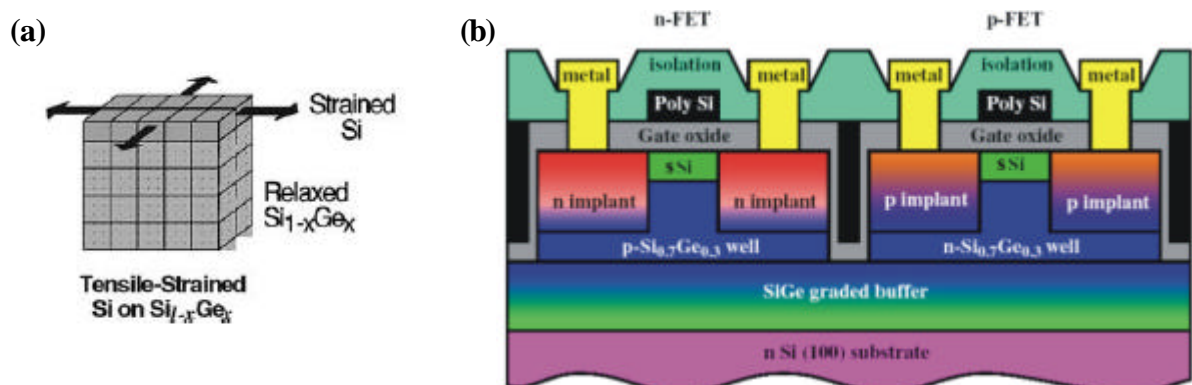


Fig. 1.1. (a) Camada ultrafina de Si tensionado (sSi) sobre SiGe relaxado [6]. (b) Esquema típico de dois transistores CMOS com canal de sSi [2].

* O volume 48 (n. 8) do periódico *Solid-State Electronics* (August 2004) está inteiramente dedicado ao tema “**Strained-Si Heterostructures and Devices**” e proporciona informações bastante atuais sobre este assunto.

como exemplo o esquema de dois transistores MOSFET (n-FET e p-FET) com canal de sSi.

O aumento de mobilidade de portadores de carga no sSi em comparação com o Si normal foi previsto teoricamente e demonstrado experimentalmente [1-5 e citações]. Conforme está ilustrado na figura 1.2(a), a banda de condução do Si não tensionado é constituída por seis vales degenerados cujas superfícies de energia constante formam seis elipsóides localizados em posições equivalentes no espaço- k , quatro paralelos e dois perpendiculares ao plano da superfície. Com a deformação da rede cristalina do Si ocorre um desdobramento no espaço de energia dos estados degenerados. Essa situação está representada nas figuras 1.2(b) e 1.2(c) para Si deformado por esforço de compressão (*compressive strain*) e esforço de tração (*tensile strain*), respectivamente. O aumento do tamanho dos elipsóides representa um deslocamento do vale para uma energia mais baixa; a redução em tamanho representa um deslocamento do vale para uma energia mais alta.

A figura 1.2(d) ilustra o desdobramento em energia dos vales da banda de condução para uma camada de sSi como a da figura 1.1(a) (*tensile strain*): os dois vales perpendiculares ao plano de tensionamento têm sua energia reduzida ao passo que os quatro vales localizados no plano de tensionamento têm sua energia aumentada.

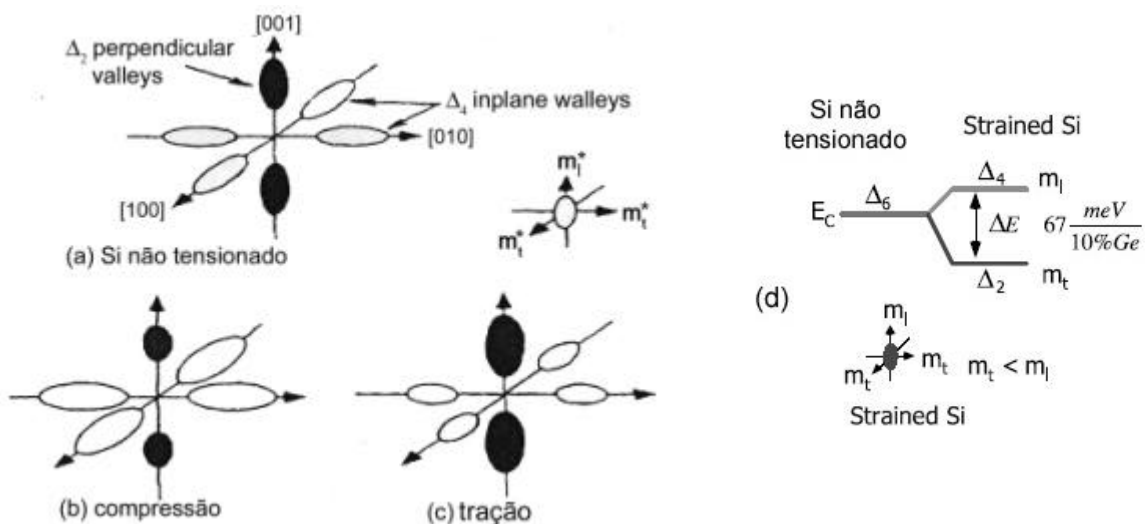


Fig. 1.2. Elipsóides de energia constante na banda de condução do Si (a), do Si deformado por esforço de compressão (*compressive strain*) (b) e deformado por esforço de tração (*tensile strain*) (c). A alteração no tamanho dos elipsóides indica um deslocamento para cima (redução) ou para baixo (aumento) no nível de energia da banda de condução, conforme ilustrado em (d) para o caso (c).

Além disso, a curvatura das bandas de energias dos vales perpendiculares também é modificada no sentido de diminuir a massa efetiva dos portadores. A diferença em energia dos dois níveis da banda de condução do sSi é de 67 meV para cada 10% de Ge no substrato de SiGe, que é um valor muito superior ao valor da energia de excitação térmica a temperatura ambiente $k_B T_{amb} \approx 2,6$ meV, onde k_B é a constante de Boltzmann. O desdobramento dos níveis de energia reduz fortemente o espalhamento entre-vales para os portadores de carga, e causa uma ocupação preferencial dos dois vales onde a massa efetiva dos portadores é menor (m_t é a massa efetiva transversal e m_l é a massa efetiva longitudinal). O resultado combinado destes dois efeitos é um forte aumento na mobilidade dos elétrons de condução no plano de tensionamento. Resultados experimentais (figura 1.3) mostram que a mobilidade de elétrons em dispositivos NFET é $\approx 70\%$ maior em comparação ao Si não tensionado [6]. Curvas I_D - V_D de dispositivos NFET mostram que, em relação ao Si não tensionado, a corrente de saturação no dreno aumenta entre 20 e 25% para sSi sobre camadas relaxadas de SiGe com 15% de Ge [6, 7]. O aumento da mobilidade e da corrente faz com que transistores individuais sejam mais rápidos (frequências de *cut-off* > 95 GHz).

A mobilidade de buracos na banda de valência também é maior no sSi frente ao Si não tensionado. Nesse caso, além de desdobrar os níveis de energia dos estados degenerados no topo da banda de valência, o tensionamento da estrutura do Si também desloca a banda spin-órbita para uma energia mais baixa. O resultado combinado dos

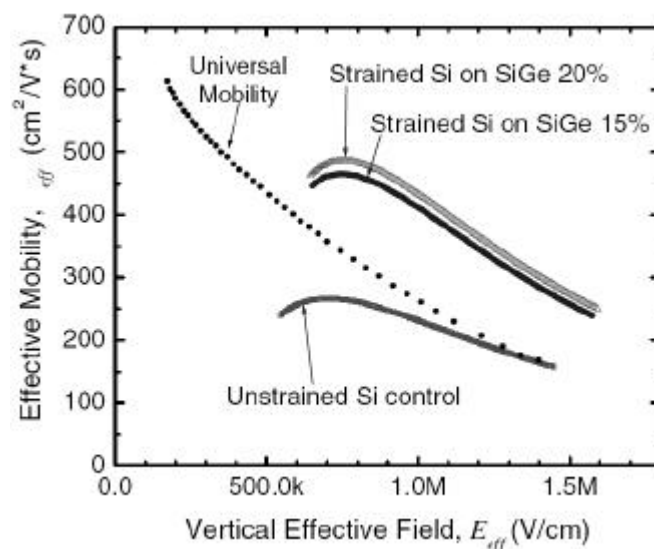


Fig. 1.3. Mobilidade efetiva de elétrons em dispositivos MOSFET com canal de sSi [6].

desdobramentos em energia dos níveis da banda de valência e de condução produz um *gap* de energia E_g entre a banda de valência e a de condução menor que 1,11 eV (Si não tensionado).

O grande problema na produção de sSi é que ainda não temos nenhuma tecnologia para produzir monocristais de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, ao contrário de monocristais de Si que são de fácil crescimento. Até o momento, o método mais usual é o crescimento epitaxial de SiGe sobre substratos de Si cristalino, cujas propriedades estruturais são apresentadas abaixo.

1.2 – Propriedades estruturais do SiGe/Si

Tanto o Si como o Ge possuem a estrutura cristalina do diamante. Entretanto, o parâmetro de rede destes elementos difere em 4,2%, sendo $a_{\text{Ge}} = 0,5658$ nm e $a_{\text{Si}} = 0,5431$ nm. Uma mistura dos dois elementos forma uma liga metálica. O sistema Si-Ge forma uma solução sólida quase ideal em toda a faixa de composição, e seu parâmetro de rede pode ser estimado através da interpolação linear entre os parâmetros de rede do Si e do Ge, obtendo-se:

$$a(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x) = a_{\text{Si}} + (a_{\text{Ge}} - a_{\text{Si}}) \cdot x, \quad (1.1)$$

onde x representa a fração atômica de Ge. Valores mais exatos de parâmetros de rede podem ser obtidos através da relação empírica [5]:

$$a(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x) = 0,002733 \cdot x^2 \text{ (nm)} + 0,01992 \cdot x \text{ (nm)} + 0,5431 \text{ (nm)}, \quad (1.2)$$

que apresenta desvios, em relação a aproximação linear, menores que 0,07%.

1.2.1 Camadas epitaxiais de SiGe pseudomórfico

Heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si(100) podem ser crescidas por diferentes técnicas de epitaxia como, por exemplo, epitaxia de feixe molecular (MBE) e deposição de vapor químico (CVD) [3]. Com estas técnicas é possível crescer camadas epitaxiais de SiGe com espessuras em escala nanométrica sobre substratos de Si cristalino. Devido as diferenças nos parâmetros de rede do Si e do SiGe ocorre uma distorção tetragonal na estrutura inicialmente cúbica do SiGe, que termina acumulando um excesso de energia elástica. A figura 1.4 ilustra esta situação.

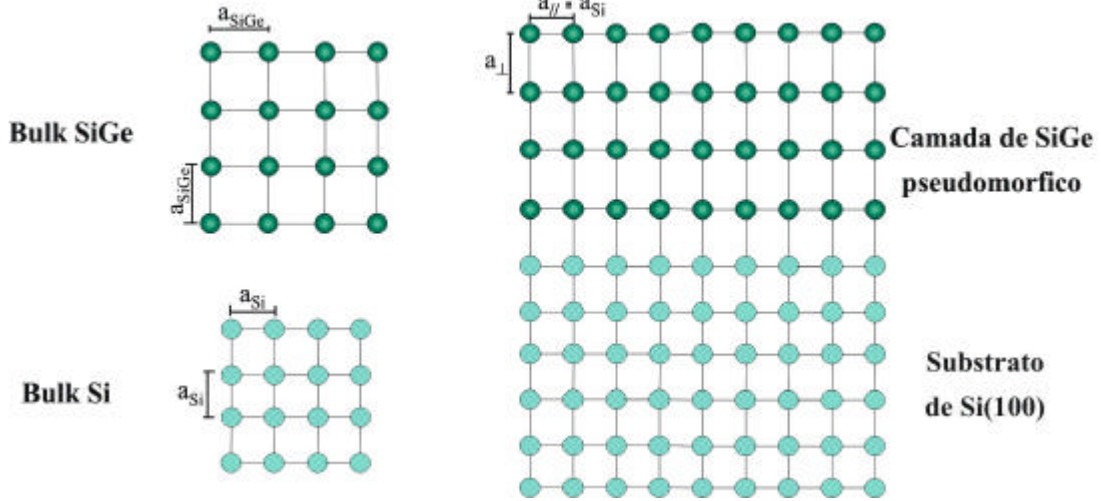


Fig. 1.4. Estruturas cúbicas do Si e do Ge e estrutura tetragonal de uma camada epitaxial de SiGe sobre um substrato de Si(100).

Para uma camada pseudomórfica de SiGe crescida epitaxialmente sobre um substrato de Si(100), a componente do parâmetro de rede a_{\parallel} paralela ao plano de crescimento será a mesma do Si. A componente perpendicular a_{\perp} pode ser obtida com boa aproximação pela teoria elástica [4], sendo igual a:

$$a_{\perp} = a_{\text{SiGe}} \left[1 - 2 \frac{C_{12}^{\text{SiGe}}}{C_{11}^{\text{SiGe}}} \left(\frac{a_{\text{Si}}}{a_{\text{SiGe}}} - 1 \right) \right], \quad (1.3)$$

onde C_{11}^{SiGe} e C_{12}^{SiGe} são as constantes elásticas da liga de SiGe, cujos valores podem ser obtidos a partir da relação [5]:

$$C_{ij}^{\text{SiGe}} = x \cdot C_{ij}^{\text{Ge}} + (1-x) \cdot C_{ij}^{\text{Si}} \quad (1.4)$$

sendo C_{ij}^{Si} e C_{ij}^{Ge} as constantes elásticas do Si e do Ge, respectivamente.

1.2.2 Camadas epitaxiais relaxadas ou parcialmente relaxadas

A energia elástica acumulada na camada pseudomórfica de SiGe aumenta com o aumento da espessura da camada e também com a concentração de Ge. Para uma dada concentração de Ge existe uma espessura, denominada de espessura crítica, a partir da qual a energia elástica não consegue mais ser compensada através do crescimento pseudomórfico. A partir dessa espessura, a camada começa a relaxar através da formação de uma rede de discordâncias de *misfit* (MD) na interface SiGe-Si, conforme está ilustrado na figura 1.5.

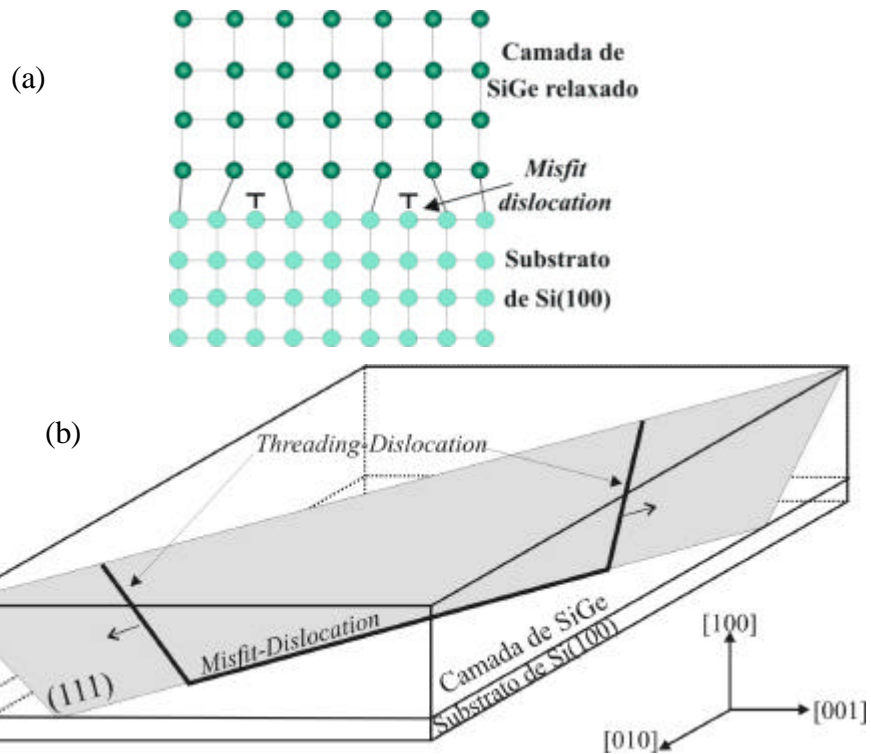


Fig. 1.5. Discordâncias de *misfit* (MDs) na interface SiGe-Si e discordâncias tipo *threading* (TDs) na camada de SiGe.

Praticamente todos os modelos propostos para estimar a espessura crítica foram desenvolvidos a partir de métodos de balanceamento de energias ou, de forças ou de tensões. A redução na energia elástica devido a relaxação causada pela introdução de uma MD deve ser compensada pelo custo de energia necessária para introduzir a discordância. O modelo mais simples e conceitual é o de Matheus e Blakeslee (MB) [8,9], que está baseado num balanceamento de forças para propagação de discordâncias tipo *misfit / threading*.

A figura 1.6 mostra um gráfico da espessura crítica em função da concentração de Ge das camadas de SiGe/Si. Bean *et al* [10] demonstrou experimentalmente que camadas pseudomórficas com espessuras acima da espessura crítica estimada pela teoria MB podem ser crescidas. Tais camadas, denominadas de metaestáveis, se tornam parcialmente relaxadas quando submetidas a recozimentos térmicos em altas temperaturas. Entretanto, o processo de relaxação também resulta na formação de uma densidade de TDs excessivamente alta (da ordem de 10^9 a 10^{12} cm^{-2}). Comparativamente, as aplicações tecnológicas de camadas de SiGe relaxadas requerem uma densidade de discordâncias igual ou menor do que 10^7 cm^{-2} .

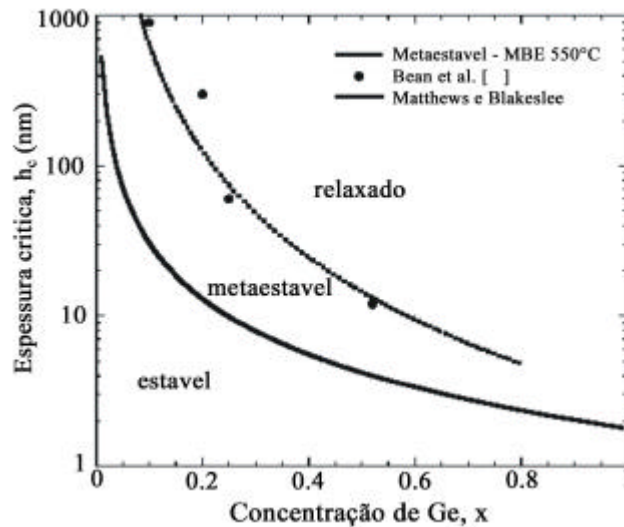


Fig. 1.6. Espessura crítica de uma camada de SiGe em função da concentração de Ge [2].

1.2.3 Mecanismos de relaxação

Em estruturas cúbicas do tipo diamante como a do Si, do Ge e do $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ discordâncias se propagam por deslizamento (*glide*) nos planos $\{111\}$ [11]. Uma propriedade geométrica das discordâncias é que as mesmas não podem terminar num ponto qualquer do substrato. O ponto de terminação deve ser uma superfície livre, ou um nodo com outro defeito ou uma autoterminação através da formação de anéis fechados, denominados de anéis de discordância (*dislocation loops*). No caso de epitaxia de camadas tensionadas, os segmentos de MDs estão conectados, em geral, com discordâncias tipo *threading* (TD), que atravessam a camada de SiGe e terminam na superfície livre. Essa situação está ilustrada na figura 1.5(b). Uma revisão sobre propriedades fundamentais de discordâncias pode ser encontrada na referência [11]. Para o caso particular de discordâncias em camadas tensionadas recomenda-se a excelente revisão de Fitzgerald [12].

O processo convencional de relaxação estrutural de camadas tensionadas de SiGe com espessura acima da espessura crítica pode ser caracterizado em quatro etapas envolvendo a tensão no plano da camada associado com o não-casamento dos parâmetros de rede na interface SiGe-Si:

(1) a formação (nucleação) de anéis de discordância na interface SiGe-Si ou de meio-anéis (*half loops*) na superfície da camada de SiGe;

(2) a expansão dos anéis de discordância, guiada pela tensão, através da camada de SiGe até a formação de meio-anel (figura 1.5b) que consiste de um segmento de MD e duas TDs;

(3) o movimento em direções opostas do par acoplado de TDs (setas na figura 1.5b), resultando na expansão do segmento de MD e;

(4) a interação de segmentos de discordâncias resultando em multiplicação, bloqueamento ou aniquilação de TDs, dependendo da relação entre seus vetores de Burguer [12].

Nesse processo de relaxação, a probabilidade de nucleação de anéis de discordância é relativamente pequena, mesmo considerando altos valores de tensionamento. Dessa forma, para alcançar altos valores de relaxação será necessário que TDs se movam sobre distâncias relativamente grandes comparadas com as distâncias entre os pontos de nucleação. Sob tais circunstâncias, a probabilidade de uma TD encontrar e se aniquilar mutuamente com outra TD de sinal oposto é pequena. Como resultado tem-se uma distribuição não uniforme de MDs e TDs.

1.3 – Métodos de produção de SiGe relaxado

Diversos métodos de produção de camadas relaxadas de SiGe têm sido propostos na literatura ao longo dos últimos anos. Contudo, a grande maioria ou é economicamente inviável, ou não se ajusta a linha de produção da indústria de semicondutores. No que segue, vamos descrever alguns destes métodos.

O atual “estado da arte” na produção de substratos virtuais de alta qualidade é o crescimento epitaxial de camadas de SiGe/Si com vários μm de espessura contendo níveis graduais de variação de concentração de Ge (até 30%) [13-15]. Tais camadas apresentam alto grau de relaxação e densidades de TDs da ordem de 10^4 a 10^7 cm^{-2} , sendo que valores $<10^7 \text{ cm}^{-2}$ são aceitáveis para confecção de dispositivos. Entretanto, camadas com vários μm de espessura perdem a planaridade e precisam ser polidas para que, então, uma nova camada uniforme de SiGe possa ser crescida na sua superfície [16]. Mais ainda, dispositivos construídos sobre tais substratos mostram auto-aquecimento devido a baixa condutividade térmica do SiGe [17, 6], dificultando a sua integração com a atual tecnologia MOS. Atualmente, camadas de sSi/SiO₂/Si(100)

estão comercialmente disponíveis e são produzidas por meio da transferência das camadas de sSi para substratos de SiO₂/Si via clivagem induzida pela implantação de H ou He e recozimento térmico [18]. Contudo, todas essas etapas adicionais encarecem em muito os custos de produção.

Para superar esses problemas vários métodos de obtenção de camadas de SiGe relaxadas com espessuras de 50 a 300 nm têm sido propostos ao longo dos últimos anos. Transistores nMOSFET com canal de sSi construídos sobre camadas de 250 nm de Si_{0,7}Ge_{0,3} não apresentaram problemas de auto-aquecimento [7]. Powell *et al.* [19] relataram a produção de camadas relaxadas de SiGe crescidas diretamente sobre camadas finas de Si sobre SiO₂. Se a camada de SiGe for consideravelmente mais espessa que a de Si, a mesma tende a relaxar através da formação de TDs que se propagam através da camada enterrada de Si até a interface com o SiO₂. Contudo, camadas finas de Si/SiO₂ sobre substratos de Si são de difícil produção.

Outro método consiste no crescimento em baixas temperaturas de uma camada de Si rica em defeitos, os quais auxiliam na relaxação de camadas de SiGe posteriormente crescidas sobre tais substratos de Si [20, 21]. Todavia, o crescimento epitaxial de Si a baixas temperaturas (~400°C) não é possível de ser realizado com as técnicas mais comuns de epitaxia como, por exemplo, a técnica de CVD amplamente usada pela indústria microeletrônica.

Um método promissor é o uso da implantação iônica como alternativa para introduzir defeitos no substrato de Si. A vantagem é que a implantação de íons pode ser realizada independentemente do tipo de substrato, como também pode ser realizada antes ou após o crescimento das camadas de SiGe, sem contar que ela é uma das ferramentas usuais na indústria da microeletrônica. Sawano *et al.* [22] implantaram íons de Ar para gerar defeitos em substratos de Si. Após a implantação, os substratos de Si foram aquecidos a 600°C por 10 minutos para então uma camada de SiGe ser depositada por MBE. Altos valores de relaxação foram reportados para essas camadas de SiGe, contudo a densidade de discordâncias tipo TD não foi mencionada.

Uma alternativa consiste na implantação de íons preferencialmente no substrato de Si através de camadas pseudomórficas metaestáveis de SiGe previamente crescidas. Camadas finas de SiGe de boa qualidade e apresentando altos valores de relaxação

foram produzidas após implantação de H^+ ou He^+ e subseqüentes tratamentos térmicos [23-28]. Os resultados reportados mostram que implantações de H são eficientes para relaxar camadas com até 20% de Ge, enquanto que He foi usado para relaxar camadas com até 30%. Nesses casos as heteroestruturas pseudomórficas de SiGe eram crescidas por MBE.

Um modelo teórico para o processo de relaxação de SiGe/Si por implantação de H ou He seguida de recozimento térmico foi recentemente proposto por Trinkaus [24] e está ilustrado esquematicamente na figura 1.7. A diferença básica deste método frente ao processo convencional de relaxação, discutido na secção 1.2.3, é de que aqui anéis de discordância são nucleados no substrato de Si, logo abaixo da interface com a camada de SiGe. Trata-se de um processo complexo que, além do movimento de discordâncias, envolve inicialmente a nucleação e crescimento de bolhas de H ou He que são responsáveis pela nucleação de anéis de discordância [29]. A nucleação e crescimento de bolhas e a formação de discordâncias serão discutidos no próximo capítulo. No que segue, vamos discutir o processo de relaxação partindo do ponto na qual anéis de discordâncias com vetor de Burguer tipo $b = \langle 101 \rangle a/2$ são nucleados em planos (001) no substrato de Si, próximo da interface com a camada tensionada de SiGe.

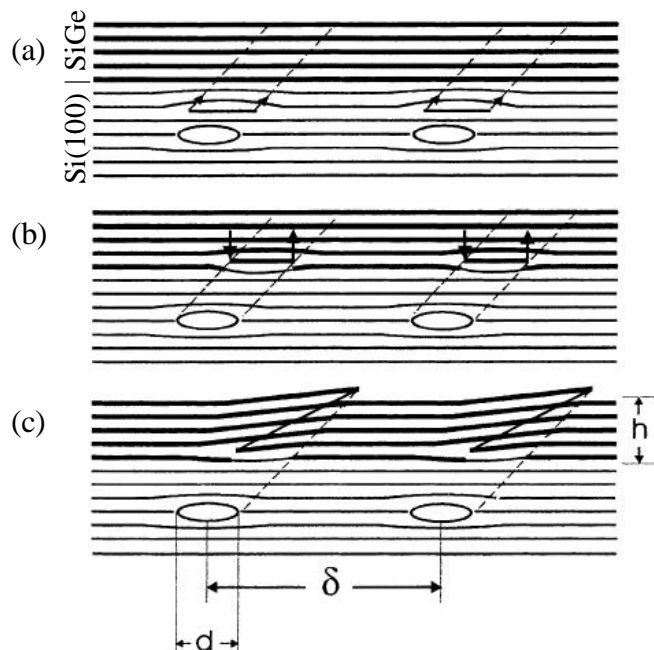


Fig. 1.7. Ilustração esquemática representando os passos elementares na relaxação estrutural induzida pela implantação iônica de H ou He em uma heteroestrutura de SiGe/Si(001) [24].

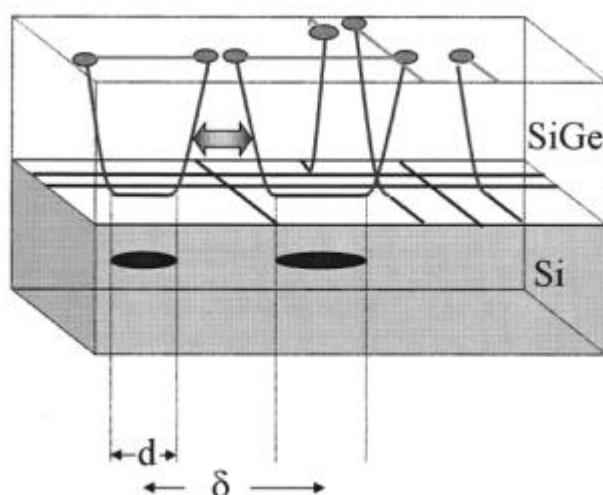


Fig. 1.8. Ilustração esquemática representando a aniquilação de TDs na camada de SiGe/Si. *

Anéis de discordância formados no substrato de Si se tornam móveis em temperaturas acima de 700°C [27], sendo impulsionados na direção da camada de SiGe devido ao excesso de tensão nessa região (figura 1.7(a)). Conforme discutido anteriormente, na estrutura cristalina do Si, o movimento de discordâncias (*glide*) ocorre ao longo dos planos {111}. Quando um anel de discordância atinge a interface SiGe/Si, atua sobre ele uma força assimétrica devida ao tensionamento de *misfit* na interface (figura 1.7(b)). Um de seus lados será repellido para a superfície, enquanto que o outro é mantido preso à interface (figura 1.7(c)). Como consequência, serão formados um degrau monoatômico na superfície e um segmento de MD na interface, ambos conectados por dois segmentos de TDs ao longo de uma das possíveis direções {111} do SiGe (veja figura 1.3). A força que impulsiona a relaxação estrutural é a energia elástica acumulada na estrutura tensionada da camada epitaxial de SiGe.

A partir da teoria de discordâncias [11] e de fatores geométricos, Trinkaus [24] deduziu condições que devem ser satisfeitas de forma que um segmento de anel de discordância seja atraído para a interface, e que a relaxação ocorra por meio de deslocamentos mínimos de TDs antes desses se aniquilarem via reação entre pares com vetor de Burguer oposto (figura 1.8). Para satisfazer simultaneamente todas essas condições, Trinkaus encontrou as relações:

$$\begin{aligned} \delta &\leq 2,5d \text{ e} \\ \delta &\leq h \end{aligned} \tag{1.5}$$

* Figura retirada do Trabalho de Diplomação de Dirk M. Kirch, Forschungszentrum Jülich, Junho 2001.

onde d e δ representam, respectivamente, o diâmetro e a distância entre anéis de discordâncias, e h representa a espessura da camada de SiGe. De acordo com essas duas relações, serão necessárias uma alta densidade de anéis de discordâncias e conseqüentemente uma alta densidade de bolhas para otimizar o processo de relaxação.

Simulações numéricas computacionais recentes mostram que o grau de relaxação na camada de SiGe depende fortemente do número de TDs envolvidas no processo [30]. Contudo, essas simulações indicam que a densidade residual mínima de TDs satura em valores bem superiores aos observados experimentalmente no presente trabalho. A complexidade dos mecanismos de interações entre discordâncias e as aproximações usadas nas simulações são as possíveis causas dessa discrepância.

Apesar deste método de produção de heteroestruturas relaxadas de SiGe/Si já ter sido proposto há alguns anos, ainda existem diversos pontos que não foram totalmente esclarecidos. Já foi demonstrado em experimentos de TEM, com tratamentos térmicos *ex-situ* [31] e *in-situ* [32], que bolhas de He emitem anéis de discordância. Anéis de discordância são freqüentemente encontrados próximos a bolhas ou cavidades, contudo, o movimento de discordâncias do substrato de Si em direção a interface com o SiGe e a nucleação de MDs e TDs ainda não foram observados experimentalmente.

O objetivo do presente estudo será estender a investigação do método de relaxação de camadas de SiGe via implantação de íons de He^+ e também de Si^+ e tratamentos térmicos para camadas crescidas via deposição de vapor químico. O trabalho prevê a variação dos parâmetros experimentais como a energia dos íons, a fluência de implantação, a temperatura da amostra durante a implantação e a temperatura de recozimento para estudar sistematicamente e otimizar o processo de relaxação das heteroestruturas pseudomórficas de SiGe. Os efeitos da espessura e da concentração de Ge também são investigados. Pretende-se maximizar o grau de relaxação e minimizar a densidade residual de discordâncias nas camadas de SiGe.

Capítulo 2

Modificações microestruturais decorrentes da implantação de He e Si em alvos de Si e SiGe/Si

O objetivo inicial deste capítulo será o de revisar alguns conceitos fundamentais associados com a penetração de íons energéticos em materiais sólidos. Nesta parte será descrita a forma como os íons transferem sua energia para o alvo, a criação de danos e a distribuição final dos íons após serem totalmente freados. Numa segunda etapa serão discutidas a formação de defeitos e a evolução térmica da microestrutura das amostras implantadas após recozimentos térmicos a altas temperaturas. A abordagem desses temas será voltada especificamente aos materiais e íons estudados nesta tese.

2.1 – Implantação Iônica

Implantação iônica é o nome dado para a técnica de processamento tecnológico que emprega aceleradores de íons para direcionar feixes de íons energéticos sobre materiais. Atualmente a técnica de implantação iônica é uma ferramenta fundamental para o processamento de materiais semicondutores, sendo amplamente usada para modificar suas propriedades por meio da introdução de dopantes, produção de danos de irradiação, desbaste de superfícies e até síntese de compostos [33].

Feixes de íons energéticos também são amplamente usados na análise de materiais, como retroespalhamento Rutherford (RBS), detecção por recuo elástico (ERD), reações nucleares (NRA), dentre outras. Dessa forma, para compreender as medidas experimentais ou determinar o perfil de uma implantação ou os defeitos gerados na matriz implantada será necessário conhecer os processos de interação íon-matéria. No que segue, vamos apresentar brevemente os principais conceitos relacionados com esse tema. Estudos mais aprofundados sobre a interação e o alcance

de íons na matéria podem ser encontrados nas referências [33, 34].

2.1.1 – Perda de energia de íons ao penetrarem na matéria

Quando um feixe de íons energéticos incide sobre um alvo sólido ocorre uma grande variedade de processos, tais como íons (átomos) e elétrons sendo ejetados para fora da superfície, cascatas de colisões e deslocamentos de átomos no interior do material, emissão de raios-X devido a excitações eletrônicas, etc. Assim, o íon incidente acaba gerando danos e vai perdendo energia, por meio de vários processos de perda de energia, a medida que penetra no alvo. Dessa forma, pode-se definir uma taxa de perda de energia do íon incidente por unidade de percurso no interior do alvo sólido (dE/dx). Assume-se que a taxa de perda de energia ocorre devido a dois processos distintos e não correlacionados, que são:

i) poder de freamento eletrônico, de natureza inelástica e que está relacionado com as interações do íon incidente com os elétrons do alvo. Aqui o íon perde energia por meio de processos de excitação eletrônica, ionização, transferência e/ou troca de elétrons com o alvo, fônons, etc. Esse processo predomina no regime de altas energias.

ii) poder de freamento nuclear, de natureza elástica, está relacionado com colisões atômicas onde predomina a interação Coulombiana entre o íon incidente e os átomos do alvo e as interações quânticas devido a interpenetração das nuvens eletrônicas do sistema íon-átomo alvo. Nesse processo o íon transfere energia cinética para os átomos do alvo, sendo responsável pela produção de danos (deslocamentos de átomos da rede).

Portanto, a perda de energia dos íons na amostra pode ser representada por:

$$\left(\frac{dE}{dx}\right) = \left(\frac{dE}{dx}\right)_n + \left(\frac{dE}{dx}\right)_e \quad (2.1)$$

onde os índices n e e representam, respectivamente, a parcela nuclear e eletrônica da taxa de perda de energia. As contribuições de cada uma dessas componentes na taxa de perda de energia em função da energia do projétil estão representadas na figura 2.1(a) para íons de He^+ em Si e na figura 2.1(b) para íons de Si^+ num alvo de Si. Os comportamentos das taxas de perda de energia eletrônica e nuclear descritos na figura 2.1 são característicos de qualquer combinação íon-alvo. Entretanto, as intensidades e

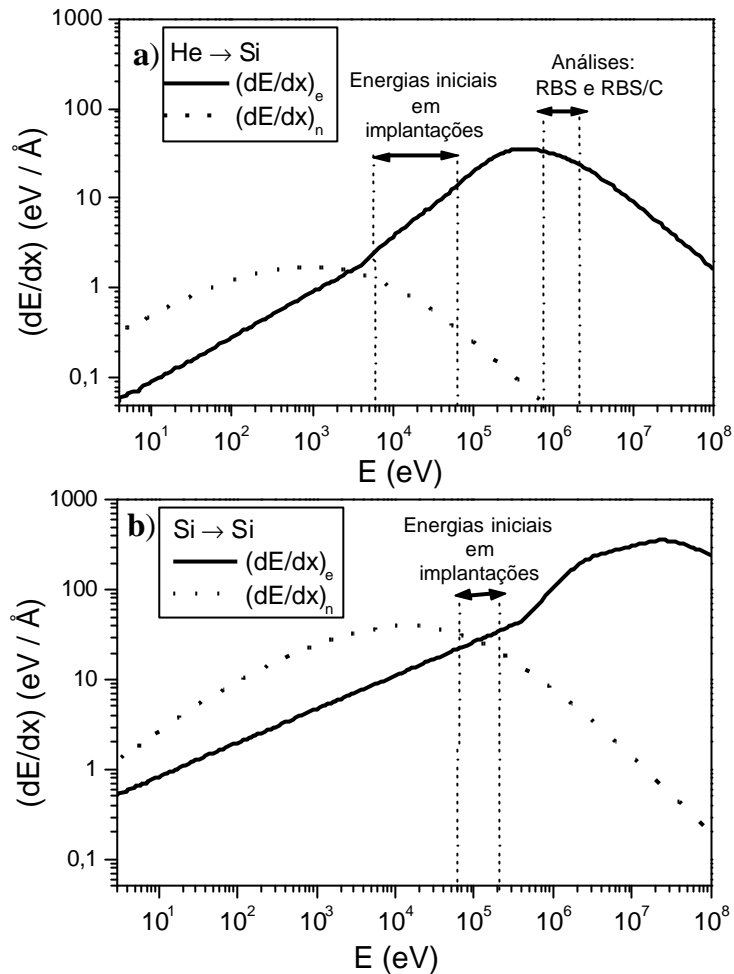


Fig. 2.1: Perda de energia por processos eletrônicos e nucleares em função da energia para (a) íons de He num alvo de Si e (b) íons de Si num alvo de Si. Os valores representados nas curvas acima foram calculados pelo programa TRIM [34]*.

as posições dos máximos dependem de cada combinação particular íon-alvo. Maiores detalhes da interação de íons com a matéria e, em particular, da penetração de íons em alvos de Si podem ser encontrados no artigo de revisão de Behar *et al.* [35].

As faixas de energias usadas nas análises e implantações envolvidas no presente trabalho também são mostradas na figura 2.1.

2.1.2 – Distribuição dos íons implantados

Conforme já mencionamos anteriormente, os íons ao penetrarem no alvo sofrem sucessivas interações com os átomos e elétrons, perdendo energia a cada encontro

* O programa TRIM está disponível no endereço eletrônico <http://www.srim.org/>. O sítio também contempla uma revisão sobre a perda de energia e alcance de íons na matéria.

assim como a orientação inicial de seu movimento. Quando o íon incidente atingir uma energia abaixo de um determinado limiar, esse não mais prosseguirá sua trajetória e passa a ser considerado como um átomo implantado.

Como a perda de energia é um processo estatístico, no final da implantação teremos os átomos implantados distribuídos num perfil de concentração *versus* profundidade dentro da amostra, denominado de perfil da implantação. Esse perfil pode ser caracterizado através de parâmetros como o alcance médio projetado R_p , correspondente à profundidade do valor médio da distribuição:

$$R_p = \langle X_i \rangle = \sum_{i=1}^n \left(\frac{X_i}{n} \right), \quad (2.2)$$

e a largura ΔR_p correspondente ao desvio padrão da distribuição de átomos implantados:

$$\Delta R_p = \sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(X_i - R_p)^2}{n}} \quad (2.3)$$

Os demais momentos que caracterizam o perfil de uma implantação são a assimetria (“skewness”) e o achatamento (“kurtosis”) da distribuição, e são definidos respectivamente como:

$$\text{skewness} = \gamma = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - R_p)^3}{n \cdot (\Delta R_p)^3} \quad (2.4)$$

e

$$\text{kurtosis} = \beta = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - R_p)^4}{n \cdot (\Delta R_p)^4} \quad (2.5)$$

Nas definições acima, o alcance médio projetado e o desvio padrão da distribuição têm dimensões de comprimento, enquanto que os demais momentos da distribuição, assimetria e achatamento, são adimensionais. A assimetria indica se o perfil está “inclinado” na direção da superfície (valores negativos) ou na direção oposta à superfície (valores positivos). Em outras palavras, assimetrias negativas indicam que o pico da distribuição está numa profundidade maior que o alcance médio projetado, e valores positivos indicam o contrário. O achatamento está relacionado com as “caudas” da distribuição, sendo que um valor 3,0 indica uma distribuição

Gaussiana.

Um dos programas mais conhecidos e utilizados para a simulação de processos de interação projétil-alvo é o programa TRIM (“TRAnsport of Ions in Matter”) [34]. Esse programa faz uso do método de Monte Carlo para simular a trajetória de um grande número de íons individuais dentro de um alvo amorfo. A história começa com um íon tendo uma dada energia, posição e direção. É assumido que o íon altera sua direção como consequência de colisões nucleares binárias e se move ao longo de uma linha reta entre as sucessivas colisões com os átomos do alvo. O parâmetro de impacto de cada uma das colisões é descrito como uma função numérica a ser sorteada aleatoriamente. A energia é reduzida como resultado de perdas de energia eletrônicas e nucleares, e a história do íon é terminada quando a sua energia for menor que um determinado valor pré-especificado, da ordem de 20 eV. Calculando a trajetória de um grande número de íons individuais o programa nos fornece os parâmetros simulados da implantação descritos nas equações 2.2 a 2.5. A simulação também nos fornece os perfis em profundidade da deposição de energia e dos danos de implantação, entre outros.

A figura 2.2 mostra um exemplo onde foi feito uso do programa TRIM para simular a implantação de íons de Si com 180 keV de energia num alvo de Si. A figura 2.2(a) mostra a trajetória individual que três íons de Si percorreram dentro do substrato de Si antes de serem implantados. Como já era de se esperar, os íons não seguem trajetórias retilíneas dentro do substrato. Em 2.2(b), cascatas de colisões, originadas pelo deslocamento de átomos de Si das suas posições da rede no substrato durante o processo de freamento nuclear, podem ser vistas próximas das trajetórias dos íons (cascatas de colisões serão discutidas na próxima seção). A figura 2.2(c) mostra o perfil de concentração versus profundidade após a simulação de 30000 íons, e os momentos da distribuição.

2.1.3 – Criação de danos por implantação iônica

Quando a energia transferida por meio de uma colisão elástica do íon incidente com um átomo do alvo é superior a um certo valor, denominado de energia de deslocamento, então este átomo do alvo deixará a sua posição de equilíbrio na rede,

que fica como um sítio vacante, e torna-se um átomo intersticial. O par vacância-intersticial formado é denominado de par de Frenkel. Se a energia do átomo intersticial criado for muito maior que a energia de deslocamento, esse átomo intersticial poderá colidir com outros átomos da matriz produzindo assim uma avalanche de pares de Frenkel, denominada de cascatas de colisões (veja a figura 2.2(b)).

O fato da distribuição de *momentum* transferido para átomos do alvo ter uma componente maior na direção de incidência do feixe de íons gera uma separação espacial entre vacâncias e intersticiais: uma concentração maior de vacâncias será formada mais perto da superfície, enquanto que uma concentração maior de intersticiais será formada numa região mais profunda. Vacâncias e intersticiais podem se recombinar durante o processo de implantação (recozimento dinâmico) ou em tratamentos térmicos posteriores. Em certas condições específicas, os defeitos pontuais que sobrevivem ao processo de recombinação podem vir a se aglomerar na forma de defeitos estendidos, minimizando a energia livre do cristal.

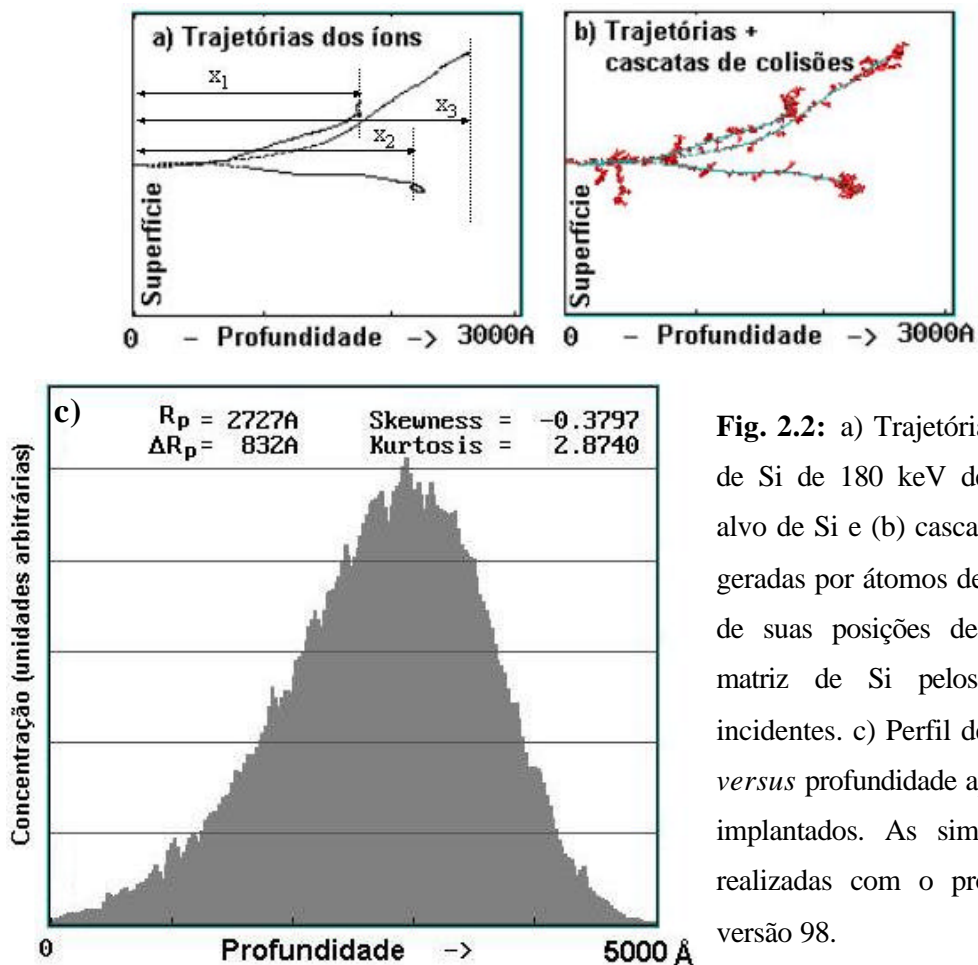


Fig. 2.2: a) Trajetórias de três íons de Si de 180 keV de energia num alvo de Si e (b) cascatas de colisões geradas por átomos de Si deslocadas de suas posições de equilíbrio na matriz de Si pelos íons de Si incidentes. c) Perfil de concentração *versus* profundidade após 30000 íons implantados. As simulações foram realizadas com o programa TRIM versão 98.

Como os programas de simulação de implantações não contemplam nenhum mecanismo de recombinação de vacâncias e intersticiais, torna-se difícil estimar o número residual de defeitos gerados numa amostra após uma implantação. De uma forma qualitativa, podemos prever que o número residual de defeitos deverá aumentar com a fluência de implantação (número de íons implantados). Da Silva [36] estudou por retroespalhamento Rutherford em incidência canalizada os efeitos da temperatura do substrato em implantações de He em Si. Os resultados, sumarizados na figura 2.3, mostram que um nível de 100% de danos pode ser gerado no caso de implantações realizadas na temperatura de -196°C . O nível mais baixo dos danos de implantação ocorreu nas implantações realizadas em temperatura ambiente. O aumento dos danos para temperaturas acima da ambiente se deve a formação de bolhas de He durante o processo de implantação. Mais detalhes serão apresentados nos capítulos 4 e 5.

O número residual de defeitos também aumenta com o aumento da massa do íon e/ou o aumento da massa do alvo. Isso ocorre devido ao fato da perda de energia nuclear aumentar tanto com a massa do íon como com a do alvo, conforme pode ser visto na figura 2.1 para o caso de íons de He e Si num alvo de Si. Dessa forma concluímos que, para um dado substrato, os danos gerados por uma implantação de íons de Si serão muito superiores comparados aos danos gerados por uma implantação de íons de He. Também podemos concluir que, independentemente do íon, os danos de implantação serão maiores nas ligas de SiGe do que nos substratos de Si. E mais, em ligas de SiGe a produção de danos aumenta com o aumento da concentração de Ge.

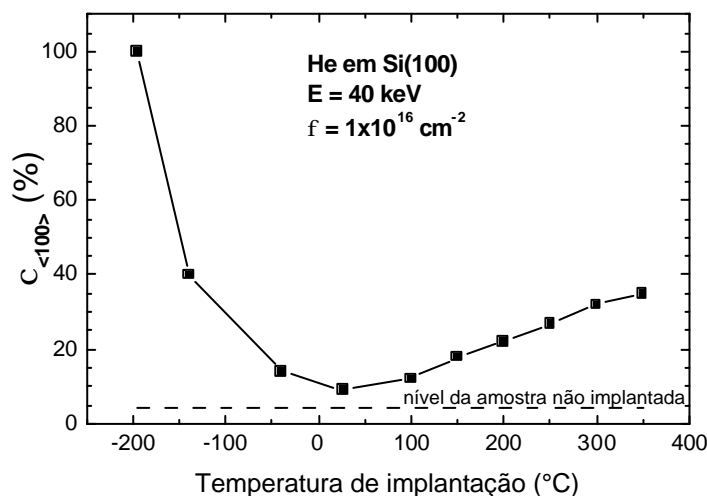


Fig. 2.3. Fração de íons descanalizados em função da temperatura de implantação [36].

2.2 – Evolução térmica de Si e SiGe/Si implantados com Si e He

2.2.1 – Implantações de He

Devido a baixa solubilidade de átomos de He em sólidos, os mesmos tendem a precipitar formando pequenos complexos de gás em sítios vacantes na matriz implantada. A microestrutura de amostras de Si implantadas com He e sua evolução frente a tratamentos térmicos dependem fortemente de parâmetros como energia, fluência e temperatura de implantação, e também das características dos recozimentos (tempo, rampa de aquecimento, etc).

No caso de implantações rasas de He (energia menor que 100 keV) realizadas em temperatura ambiente podemos definir três regimes distintos de fluências de implantação:

i) para fluências de implantação menores que $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ o He é estabilizado em pequenos complexos He_mV_n somente detectáveis por espectroscopia de aniquilação de pósitrons [37]. Durante recozimentos em altas temperaturas ocorre a dissolução dos complexos He_mV_n e o He tende a permear para fora da amostra.

ii) para fluências superiores a $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, ainda durante as implantações, ocorre a formação de um sistema condensado de pequenas bolhas esféricas de He que podem ser detectadas por microscopia eletrônica de transmissão (TEM) [29]. A figura 2.4(a) ilustra o sistema de bolhas formado em Si(100) implantado com He na fluência de $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. Nessa situação, a alta fluência de implantação gera um grande número de complexos He_mV_n que se transformam em bolhas tanto pela absorção de novos átomos de He como de vacâncias. Durante recozimentos térmicos pós-implantação essas bolhas crescem em tamanho devido a coalescência e ocorre uma redução na densidade de bolhas. Conforme ilustrado na figura 2.4(b), a maior parte das bolhas está localizada na faixa de profundidades entre $(R_p - \Delta R_p)$ e R_p , ou seja, na região mais rica em vacâncias. Átomos intersticiais de Si que não se aniquilaram com vacâncias se encontram em profundidades maiores que R_p , onde é observada a formação de defeitos estendidos.

A medida que a temperatura de recozimento é aumentada, os átomos de He tendem a escapar das bolhas permeando pela matriz e evaporando pela superfície.

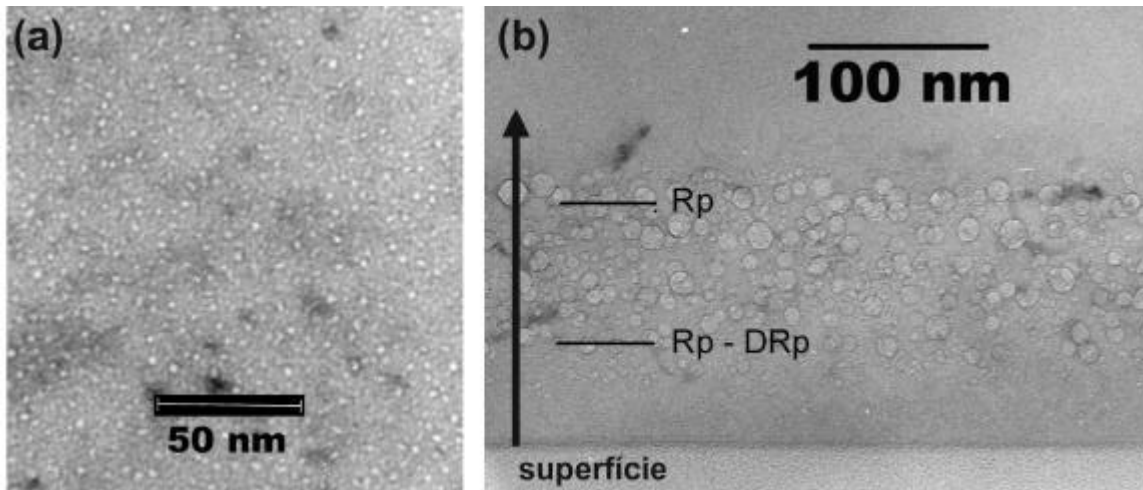


Fig. 2.4. Imagens de TEM (seção transversal) de amostras de Si implantadas em temperatura ambiente com He na energia de 40 keV e fluência de $4 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. (a) amostra como-implantada e (b) após recozimento à 850°C por 10 minutos.

Após recozimentos em altas temperaturas ou longos tempos tem-se, então, um sistema de cavidades vazias na matriz implantada.

iii) no caso de fluências intermediárias ($5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2} < \phi < 2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$) os átomos de He também são estabilizados em complexos He_mV_n durante as implantações. Contudo, nesse caso ocorre a nucleação de bolhas planas de He para recozimentos em temperaturas superiores a 350°C [29, 31, 38, 39], conforme está ilustrado na figura 2.5(a) para o caso de uma amostra de Si implantada com He na energia de 40 keV e fluência de $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. Tais bolhas planas se encontram preferencialmente alinhadas ao longo dos planos (100) paralelos a superfície do substrato de Si e apresentam diâmetros e espessuras típicas de 120 e 1,5 nm, respectivamente. O forte contraste de difração em volta das bolhas planas indica que a rede cristalina do Si se encontra deformada devido a alta pressão de gás de He no interior das bolhas. Pressões superiores a 10 GPa foram estimadas por meio da comparação quantitativa de imagens de TEM com imagens simuladas numericamente usando aproximação de coluna em conjunto com teoria linear de elasticidade [40]. Para efeitos de comparação, numa amostra como-implantada na temperatura de 350°C ocorre a formação de um sistema denso de pequenas bolhas de He ainda durante a implantação, conforme ilustra a imagem da figura 2.5(b). No caso de altas temperaturas de implantação, as bolhas de He apresentam sempre formato esférico.

Conforme ilustrado nas figuras 2.5(c) e (d), durante tratamentos térmicos em temperaturas mais elevadas, as bolhas planas de He colapsam formando um sistema de bolhas esféricas. Num estágio intermediário, a estrutura apresenta uma grande bolha central envolta por um anel de pequenas bolhas esféricas [38], que em temperaturas mais elevadas coalescem formando uma única bolha esférica. Esse mecanismo de crescimento foi demonstrado em experimentos de TEM com recozimento térmico *in situ* [32]. Devido a alta pressão interna, o crescimento em tamanho das bolhas ocorre através da ejeção de átomos de Si da superfície interna das bolhas, gerando assim átomos intersticiais de Si nas proximidades das bolhas. Para minimizar sua energia, esses átomos intersticiais de Si se arranjam em posições específicas na matriz formando defeitos estendidos tipo anéis de discordância, indicadas por setas nas figuras 2.5(c) e (d). Para temperaturas de recozimento inferiores a 700°C, os anéis de

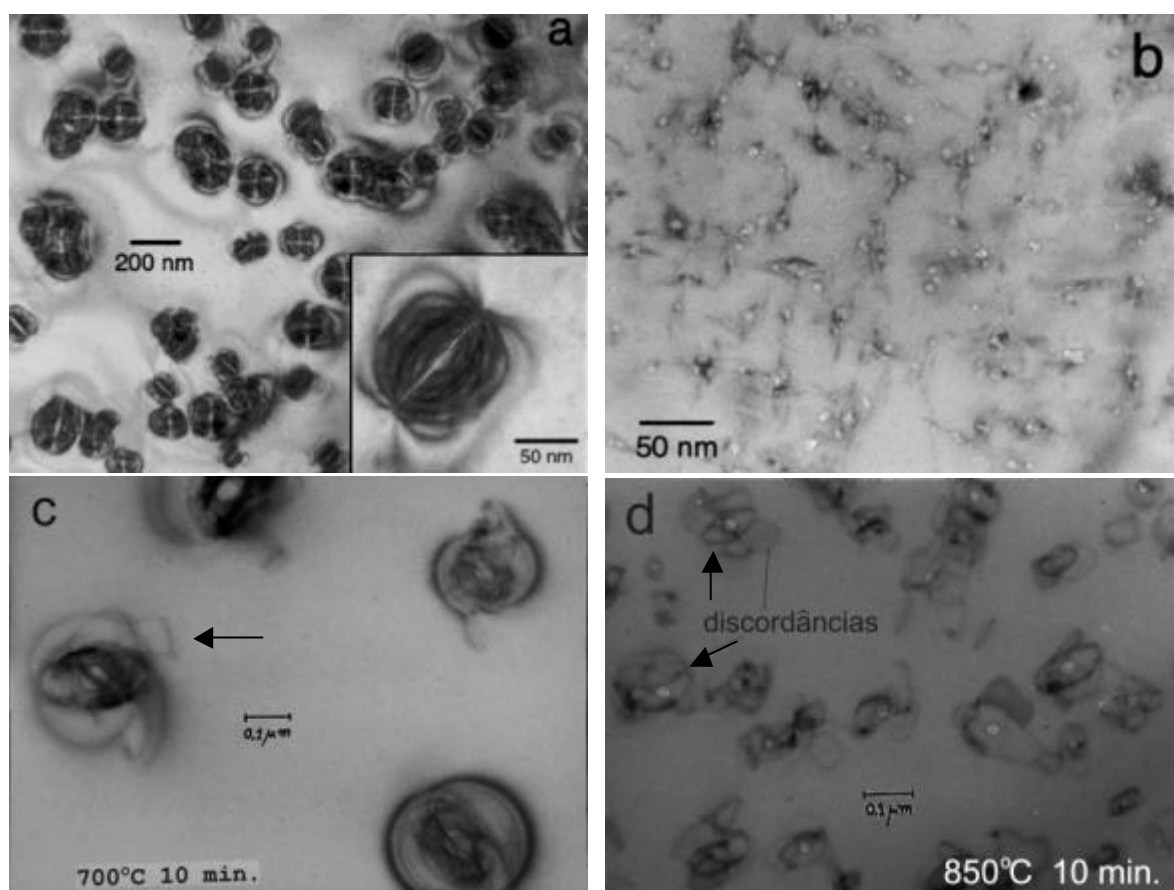


Fig. 2.5. Imagens de TEM (seção planar) de amostras de Si implantadas com He na energia de 40 keV e fluência de $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. (a) implantada em TA (temperatura ambiente) e recozida a 350°C; (b) como-implantada na temperatura de 350°C; (c) e (d) implantada em TA e recozida a 700°C e 850°C, respectivamente.

discordância estão sempre ligados a uma bolha. Contudo, discordâncias livres (que não estão ligadas a nenhuma bolha) podem ser encontradas para temperaturas acima de 700°C. Com o aumento da temperatura ocorre também um grande aumento no número de discordância. Tanto as cavidades vazias como os anéis de discordância são sistemas estáveis, mesmo em temperaturas de recozimento nas quais todo o He implantado já permeou para fora das amostras.

Os primeiros trabalhos tratando de implantações de He para relaxar camadas pseudomórficas de SiGe/Si foram realizados por Follstaedt *et al.* [41]. Contudo, a energia de implantação foi calculada para formar bolhas na interface SiGe/Si. Altos valores de relaxação foram encontrados, porém, com uma quantidade de discordâncias muito elevada na camada de SiGe. Mais tarde, o grupo do Centro de Pesquisas em Jülich realizou trabalhos com implantações mais profundas, de forma a promover a nucleação de bolhas dentro do substrato de Si, logo abaixo da interface com a camada de SiGe. Nesse caso, anéis de discordância nucleados na região onde se localizam as bolhas são atraídos em direção a interface devido ao excesso de tensão existente entre a camada de SiGe e o substrato de Si. Entrando em contato com a interface forma-se um segmento de discordância tipo *misfit*, desencadeando o processo de relaxação da camada tensionada de SiGe, conforme o modelo de relaxação proposto por Trinkaus [24], que já foi descrito na seção 1.3 (página 13).

2.2.2 – Implantações de Si em Si(100)

Comparado com uma implantação de He, cada íon de Si implantado gera uma quantidade de pares de Frenkel (par vacância-intersticial) bem mais elevada. A consequência dessa elevada taxa de produção de danos é que uma matriz de Si cristalino pode ser localmente amorfizada realizando-se uma implantação de Si com fluência tão baixa como $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$. Devido a sua maior massa, os íons de Si também provocam uma maior separação espacial entre vacâncias e intersticiais, resultando em uma região rica em vacâncias próxima da superfície e outra região rica em intersticiais numa profundidade pouco além do alcance médio da implantação. Contudo, para amostras implantadas com fluência abaixo da fluência de amorfização, o modelo “+1” prediz que durante recozimentos térmicos ocorre uma completa recombinação de

vacâncias com intersticiais, levando a um excesso de átomos intersticiais de Si em número igual ao da fluência de implantação. Essa hipótese foi confirmada experimentalmente por Stolk *et al.* [42]. Durante os recozimentos térmicos em temperaturas elevadas, o excesso de átomos de Si forma pequenos aglomerados ou defeitos estendidos na matriz cristalina de Si. Numa etapa inicial, os pequenos aglomerados evoluem formando defeitos lineares, conhecidos como defeitos {311} [42 - 46]. Numa escala de tempo maior, os defeitos {311} se dissolvem e dão origem a anéis de discordância que podem, em substratos com SiGe/Si, desencadear o processo de relaxação. Essas situações estão representadas nas imagens de TEM da figura 2.6 retiradas das referências [45, 46]. Mais detalhes sobre a microestrutura de alvos de Si implantados com íons de Si e tratados termicamente serão discutidos no capítulo 6.

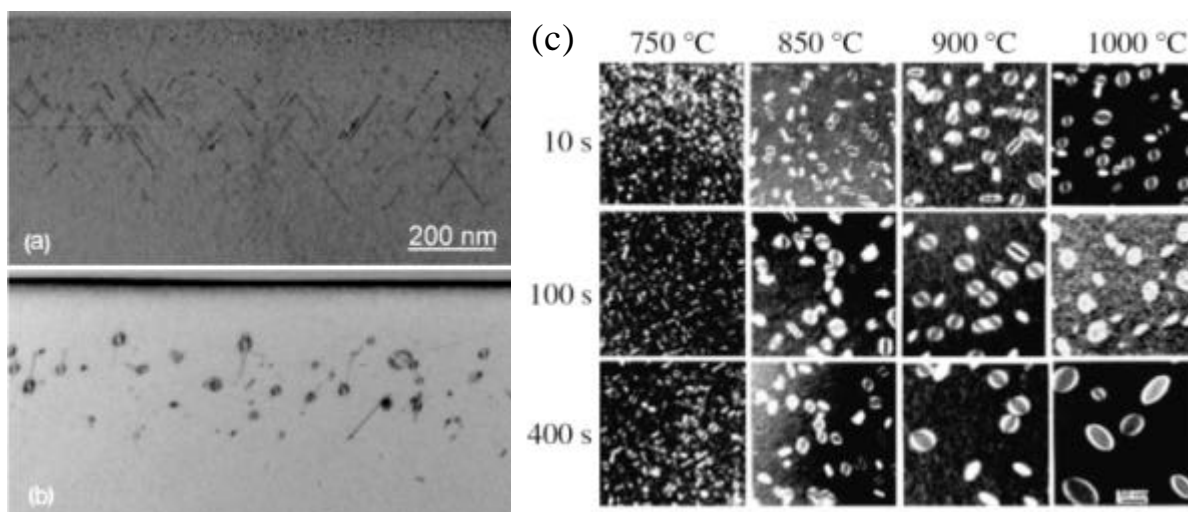


Fig. 2.6. Imagens de TEM (seção transversal) de amostras de Si implantadas com Si na energia de 100 keV e fluência de $2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ após recozimento a 850°C por 30 s (a) e 250 s (b) [45]. (c) Sequência de imagens mostrando a evolução térmica dos defeitos estendidos em função do tempo e da temperatura de recozimento [46].

Capítulo 3

Técnicas experimentais

O trabalho desenvolvido nesta tese tem como objetivo principal o estudo dos mecanismos que promovem a relaxação estrutural de heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si. Para estudar esses mecanismos, implantações de He e Si foram realizadas tanto em amostras de SiGe/Si como em Si cristalino puro (tipo Czochralski). A finalidade deste capítulo é o de apresentar as técnicas experimentais envolvidas desde a etapa inicial de deposição das camadas epitaxiais de SiGe/Si até a caracterização das amostras implantadas e termicamente processadas.

3.1 – Crescimento epitaxial de SiGe/Si(100)

Os avanços nas tecnologias de crescimento de cristais têm permitido o crescimento de camadas ultrafinas de materiais semicondutores com uma precisão de monocamadas de espessura e controle da composição em torno de 1 at.%. Os diversos métodos usados para a deposição epitaxial de Si, Ge, C e Sn sobre substratos de Si podem ser classificados em dois tipos: os de deposição de vapor físico e os de deposição de vapor químico. A seguir, vamos apresentar e discutir brevemente cada uma dessas técnicas. Uma descrição completa dessas técnicas pode ser encontrada, por exemplo, nas referências [3 e 47]. A limpeza dos substratos antes da deposição das camadas é de extrema importância, porém não será discutida nesta tese. Uma abordagem desse tema pode ser encontrada em [3].

i) Deposição de vapor físico

O principal método de deposição de vapor físico é a epitaxia de feixe molecular (MBE), amplamente usada para fins de pesquisa devido ao excelente controle sobre a espessura e a composição estequiométrica das camadas epitaxiais. A cinética de

deposição é relativamente simples. Num estágio inicial vapor de moléculas do material a ser depositado é produzido através de aquecimento ou *sputtering* de material sólido com alto grau de pureza. A deposição ocorre quando as moléculas em forma de vapor são direcionadas sobre a superfície de um substrato aquecido possibilitando a mobilidade necessária para o alinhamento epitaxial das moléculas incidentes. A taxa de deposição é controlada através do fluxo de evaporação de moléculas e da temperatura do substrato. Todo o processo é realizado em ambiente de ultra alto vácuo com pressão de base da ordem de 10^{-10} Torr.

ii) Deposição por vapor químico

Ao contrário do sistema MBE, a cinética de deposição por vapor químico (CVD) é bastante complicada e envolve química de gases com reações de superfície bem complexas. SiH_4 e GeH_4 são os gases mais usados no crescimento de camadas epitaxiais de SiGe. Esses gases são injetados numa câmara contendo o substrato que está aquecido a altas temperaturas (normalmente na faixa entre 500 e 600°C, dependendo do tipo de reator). A taxa de crescimento dos filmes depende fortemente da temperatura: uma alta temperatura é necessária para decompor os gases precursores e ao mesmo tempo uma temperatura baixa é necessária para evitar a formação de discordâncias e ilhas durante a deposição. A deposição pode ser realizada em ultra alto vácuo (UHVCVD) ou até mesmo em pressão atmosférica.

No presente trabalho, heteroestruturas pseudomórficas metaestáveis de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ foram crescidas sobre substratos de Si(100) por RPCVD (Reduced Pressure CVD) com um reator modelo ASM Epsilon 2000 do Centro de Pesquisas IMEC (Leuven, Bélgica). A temperatura do substrato de Si é mantida em 575°C durante o crescimento dos filmes de SiGe. Os filmes depositados contêm concentrações de Ge que variam entre 19 a 30 at.% e espessuras na faixa de 70 nm a 425 nm. Em todos os substratos a espessura e concentração de Ge das camadas de SiGe estimadas através da calibração do reator foram confirmadas pela técnica de RBS (seção 3.3.1).

3.2 – Implantação iônica

A técnica de implantação iônica já foi descrita em detalhes no capítulo anterior.

Nesta secção serão descritas apenas as etapas básicas para gerar íons energéticos, que podem ser usados tanto para implantação iônica como para análise de materiais com feixe de íons. As etapas são:

- 1) geração dos íons:** íons são gerados através da injeção de gás ou evaporação de material sólido dentro de uma fonte aquecida a altas temperaturas, ou pela injeção de gás em fontes RF (fontes com campo eletromagnético oscilando em rádio frequência).
- 2) extração dos íons:** íons positivos são extraídos da fonte por meio da aplicação de um potencial negativo de 10 a 30 kV.
- 3) seleção do íon ou isótopos:** os íons pré-acelerados pelo potencial de extração são injetados dentro de um eletroímã. Somente os íons com a relação massa/carga desejada serão defletidos no ângulo correto.
- 4) aceleração:** os íons selecionados são acelerados através de um potencial uniformemente distribuído dentro de um tubo linear. O valor do potencial de aceleração é ajustado de acordo com a energia final desejada para os íons.
- 5) implantação/análise:** depois de acelerados, os íons são direcionados para uma câmara onde se encontra a amostra a ser implantada/analizada.

Todo o processo descrito acima ocorre em alto vácuo. Os íons são conformados por lentes magnéticas num feixe com alguns milímetros de diâmetro. Um sistema de deflexão por campos elétricos permite uma varredura horizontal e vertical do feixe de íons durante a implantação. O fluxo de íons e a sua homogeneidade são monitorados através de copos de Faraday localizados na câmara de implantação.

As implantações foram realizadas tanto em Porto Alegre como em Jülich. Em Porto Alegre as implantações são feitas no acelerador de 500 kV da HVVEE. No Centro de Pesquisas Jülich é usado um implantador industrial Axcelis de 400 kV, projetado para implantar substratos com diâmetro de até 6 polegadas (15 cm).

3.3 – Técnicas de análise por feixe de íons

Na caracterização das amostras por feixe de íons foram usadas as técnicas de retroespalhamento Rutherford (RBS), retroespalhamento Rutherford em direção canalizada (RBS/C) e detecção por recuo elástico (ERD). Experimentos de RBS e

RBS/C foram realizados nos aceleradores do Laboratório de Implantação Iônica do IF-UFRGS (Tandetron de 3 MV e HVEE de 500 kV) e o acelerador Tandetron de 2 MV do Centro de Pesquisas Jülich, na Alemanha. Os experimentos de ERD foram todos realizados em Porto Alegre. Uma abordagem completa destas técnicas pode ser encontrada nas referências [48 e 49].

3.3.1 Retroespalhamento Rutherford – RBS

Quando um feixe de íons energéticos incide sobre uma amostra, a grande maioria dos íons acaba sendo implantada em uma certa profundidade ou, se a amostra for suficientemente fina, os íons acabam atravessando a mesma sofrendo apenas uma redução na sua energia. Porém, alguns dos íons incidentes (menos de um em 10^4) sofrem espalhamentos em ângulos superiores a 90° em relação ao feixe incidente, isto é, são retroespalhados para fora da amostra. A técnica de RBS se baseia na análise da energia das partículas que são retroespalhadas num pequeno ângulo sólido $d\Omega$ definido pela área de um detector, como mostra a figura 3.1.

O sistema analisador usado em experimentos envolvendo análise por feixe de íons (RBS, RBS/C e ERD) está esquematizado na figura 3.2. Em geral são utilizados detectores de estado sólido, que produzem um sinal de tensão analógico cuja magnitude é proporcional a energia da partícula detectada [50]. O sinal gerado pelo detector D, polarizado pela fonte AT, passa por um pré-amplificador PA e por um amplificador A. A função do pré-amplificador é adaptar as impedâncias entre o detector e o amplificador; o amplificador por sua vez filtra ruídos eletrônicos e amplifica o sinal, aumentando a relação sinal/ruído. O sinal de saída do amplificador é

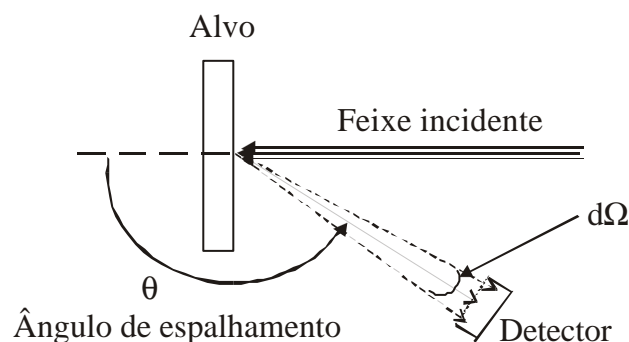


Fig. 3.1. Esquema do arranjo experimental numa análise por RBS

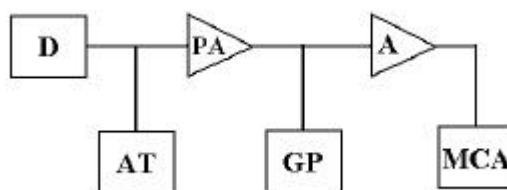


Fig. 3.2. Diagrama em blocos ilustrando o sistema eletrônico utilizado em experimentos de RBS, RBS/C e ERD (veja detalhamento no texto).

um pulso de tensão cuja magnitude está associada com a energia da partícula coletada no detector. O sinal amplificado é utilizado como entrada num analisador multicanal (MCA) cuja função é processar e armazenar a informação proveniente do amplificador. Isso é feito através da discretização dos pulsos de tensão em intervalos denominados canais, proporcionais à energia detectada. Cada pulso de tensão que chega ao MCA e cuja magnitude corresponde à faixa de um dado canal é então registrado como uma contagem acrescida a esse canal. No final do experimento, cada canal terá registrado um certo número de contagens, que corresponde ao número de partículas detectadas com uma energia E_i .

A representação gráfica do número de contagens em cada canal *versus* o número do canal constitui o espectro do experimento (veja a figura 3.3) e contem toda a informação da amostra analisada. O eixo de canais pode ser facilmente convertido para energia através de uma calibração do sistema eletrônico usando alvos conhecidos.

Os conceitos físicos associados com a técnica de RBS e que possibilitam obter resultados quantitativos a partir de um espectro de contagens *versus* energia são:

Fator cinemático: seu conceito está baseado na transferência de energia do íon incidente para um núcleo do alvo numa colisão elástica de dois corpos com conservação de energia e *momentum*. O fator cinemático define a capacidade da técnica de RBS em determinar a massa dos constituintes do alvo.

Seção de choque de espalhamento: seu conceito está relacionado com a probabilidade de ocorrência de uma colisão. Define a capacidade de analisar quantitativamente a composição atômica do alvo.

Poder de freamento: conceito baseado na perda média de energia de um átomo que se move num meio denso (alvo), cujos conceitos já foram discutidos na seção 2.2.1. O

poder de freamento permite estabelecer uma escala em profundidade no alvo.

No presente trabalho a técnica de RBS foi usada para determinar a espessura e a concentração de Ge nas camadas de SiGe/Si. Os espectros experimentais foram comparados com espectros simulados a partir do programa RUMP* (Rutherford Universal Manipulation Program) [51]. O RUMP é um programa que, dada uma descrição da amostra e da geometria do experimento, resolve todas as equações analíticas envolvidas e gera um espectro simulado. A comparação entre o espectro simulado e o experimental nos permite determinar a espessura da camada de SiGe com precisão de nm e a concentração de Ge com precisão de 1 at.%.

A figura 3.3 ilustra um exemplo típico de espectro experimental de RBS e a curva simulada pelo programa RUMP. Nesse caso, a simulação de uma camada de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}$ com 127 nm de espessura sobre um substrato de Si se ajusta quase que perfeitamente com o espectro experimental.

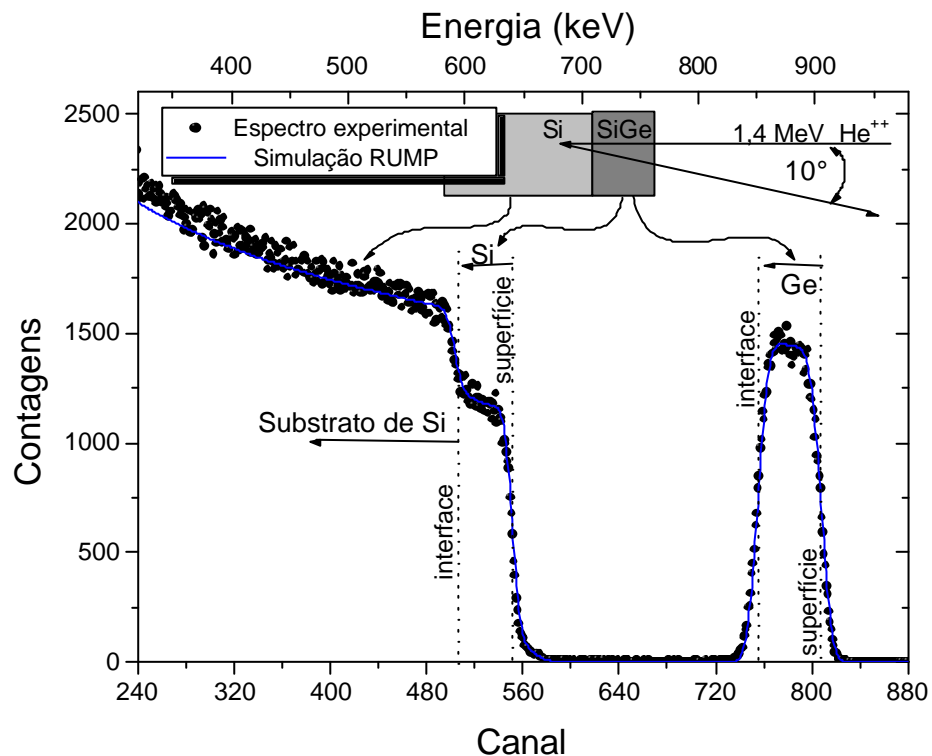


Fig. 3.3. Espectro de RBS medido com He de 1,4 MeV de energia e a simulação de um espectro via programa RUMP de uma amostra com 127 nm de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}$ sobre um substrato de Si(100).

* Um pacote contendo uma versão teste do programa RUMP está disponível em: <http://www.genplot.com>

3.3.2 Retroespalhamento Rutherford em direção canalizada – RBS/C

O fenômeno da canalização ocorre quando os íons incidentes entram em um canal (eixo cristalino) ou plano atômico e passam a ser guiados por colisões suaves (parâmetro de impacto grande) com os átomos das paredes dos canais ou planos. A trajetória de um íon na direção $\langle 110 \rangle$ está ilustrada na figura 3.4.

RBS/C consiste num experimento de RBS no qual a direção do feixe de íons incidente coincide com o eixo de um canal ou um plano cristalino do alvo (figura 3.5). Quando a direção do feixe de íons coincidir com o eixo de um canal cristalino do alvo, a canalização é dita axial. Se a direção do feixe de íons for paralela a um plano cristalino do alvo, a canalização é dita planar. O resultado do alinhamento é uma queda expressiva no número de íons retroespalhados em comparação com o espectro obtido numa direção aleatória (orientação do alvo cristalino que resulta num espectro idêntico ao que seria obtido caso o alvo fosse amorfo).

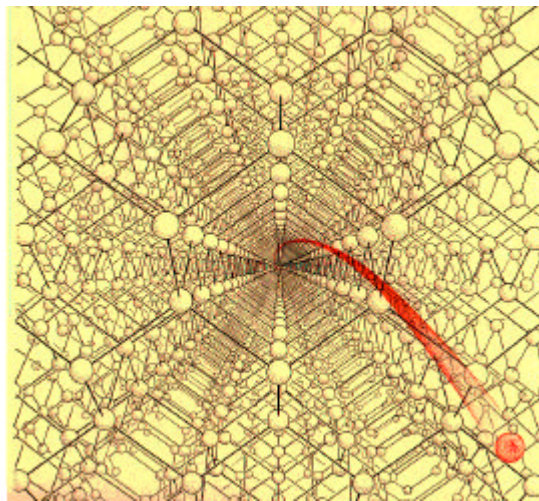


Fig. 3.4. Trajetórias de íons canalizados na direção $\langle 110 \rangle$ de um cristal de Si [52].

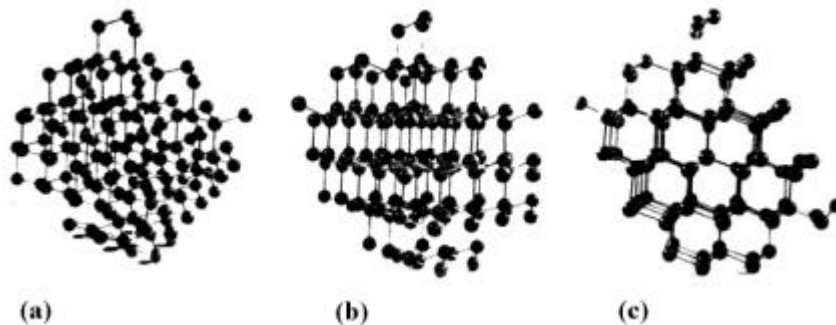


Fig. 3.5. Modelo de rede cristalina mostrando a configuração atômica de uma rede cristalina do tipo diamante vista a partir de três direções: (a) aleatória, (b) planar e (c) axial [48].

Para alinhar os eixos cristalográficos da amostra com a direção do feixe é feito uso de um equipamento, denominado goniômetro, e que permite inclinar a amostra em pelo menos duas direções. Em geral, o processo de alinhamento de um cristal é simples quando se tem conhecimento de como o monocristal foi cortado. Por exemplo, no presente trabalho foram utilizadas amostras de Si(100) e SiGe/Si(100); logo, a direção cristalina <100> é praticamente perpendicular à superfície das amostras.

As principais aplicações da técnica de RBS/C estão relacionadas com a determinação de defeitos em estruturas cristalinas [53]. No presente trabalho, a técnica de RBS/C foi usada com dois propósitos bem distintos:

i) determinar os defeitos gerados pela implantação de íons em amostras de Si e SiGe/Si e acompanhar a evolução destes defeitos após tratamentos térmicos.

ii) determinar o grau de relaxação estrutural de camadas pseudomórficas de SiGe sobre Si(100) após implantação iônica seguida de tratamento térmico [69].

Um parâmetro importante quando se trata de canalização é a fração de íons descanalizados, simbolizada pela letra grega χ . Este parâmetro é útil tanto na etapa de alinhamento da amostra como também para obter a distribuição de danos, e pode ser escrito como [48]:

$$\chi = \frac{H_c}{H_a}$$

onde H_c é a altura (nº de contagens) do espectro canalizado e H_a é a altura do espectro obtido em direção aleatória.

A figura 3.6(a) mostra uma varredura angular para determinar a posição do eixo [100] de uma amostra pseudomórfica de SiGe/Si(100). Para cada valor de ângulo theta adquire-se um espectro de RBS e compara-se a altura do sinal do Ge, no espectro, com a altura referente a 1ª medida (theta = -2°), razão essa que foi definida como χ . A posição do eixo cristalográfico corresponde ao mínimo valor de χ . Os espectros em direção aleatória e canalizada no eixo [100] de uma amostra como-crescida de SiGe/Si(100) são apresentados na figura 3.6(b). O espectro canalizado tem como característica um pico de superfície resultante do retroespalhamento do feixe pelas primeiras monocamadas atômicas da superfície da amostra. Para fins de comparação, também é apresentado o espectro de uma amostra similar que foi implantada com

7×10^{15} at. cm^{-2} de He de 30 keV de energia. Essa energia de implantação resulta num alcance projetado de ≈ 330 nm, ou seja, ≈ 200 nm abaixo da interface. Deve-se observar que, devido aos danos formados na matriz cristalina, a fração de íons descanalizados é bem maior na amostra implantada com He^+ do que na amostra como-crescida.

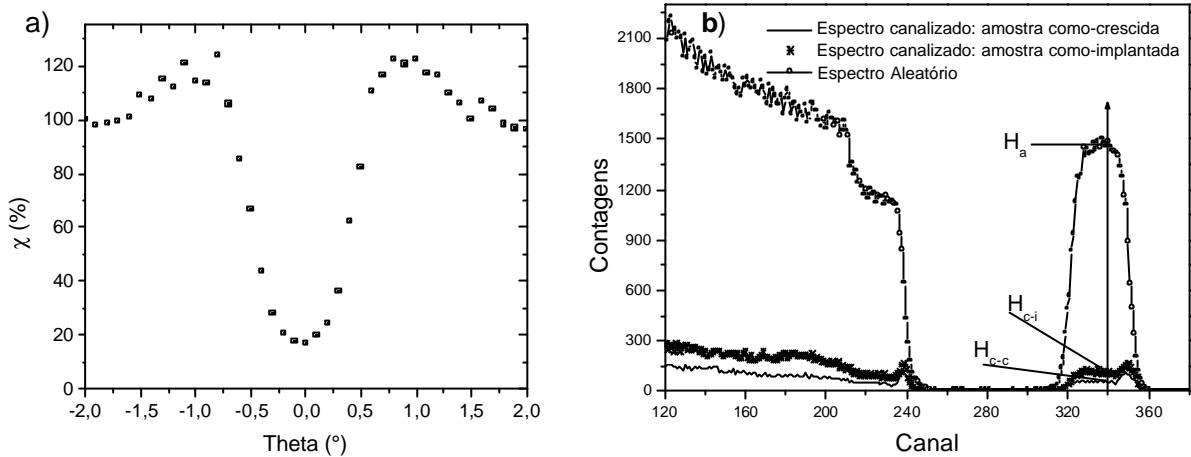


Fig. 3.6. a) Varredura angular de RBS em torno da direção [100] ao longo do plano (100) do SiGe. b) Espectros de RBS em direção aleatória e canalizada no eixo 100 de uma amostra de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ como-crescida e após a implantação de He (30 keV, 7×10^{15} at. cm^{-2}).

O método de medir a relaxação estrutural de camadas de SiGe/Si através de varreduras angulares de RBS/C originou-se no Centro de Pesquisas Jülich [69] com o desenvolvimento de um goniômetro de alta resolução angular [54].

Conforme ilustrado na figura 3.7(a), para as estruturas cúbicas do Si e do SiGe relaxado o ângulo entre as direções [100] e [110] é 45° , porém, esse ângulo será $45^\circ - \Delta\theta$ para a estrutura tetragonal do SiGe pseudomórfico. A figura 3.7(b) mostra o desvio $\Delta\theta_{te}$ calculado pela teoria elástica (seção 1.1) em função da concentração de Ge para camadas 100% pseudomórficas (como crescidas). Camadas parcialmente relaxadas apresentam valores $0 \leq \Delta\theta < \Delta\theta_{te}$. Valores de $\Delta\theta$ podem ser determinados através de varreduras angulares de RBS em torno dos eixos [100] e [110] ao longo do plano (100) do Si. A maioria destas medidas foi realizada no Centro de Pesquisas Jülich com um goniômetro de alta resolução angular ($0,005^\circ$) especialmente projetado para este tipo de medidas [54].

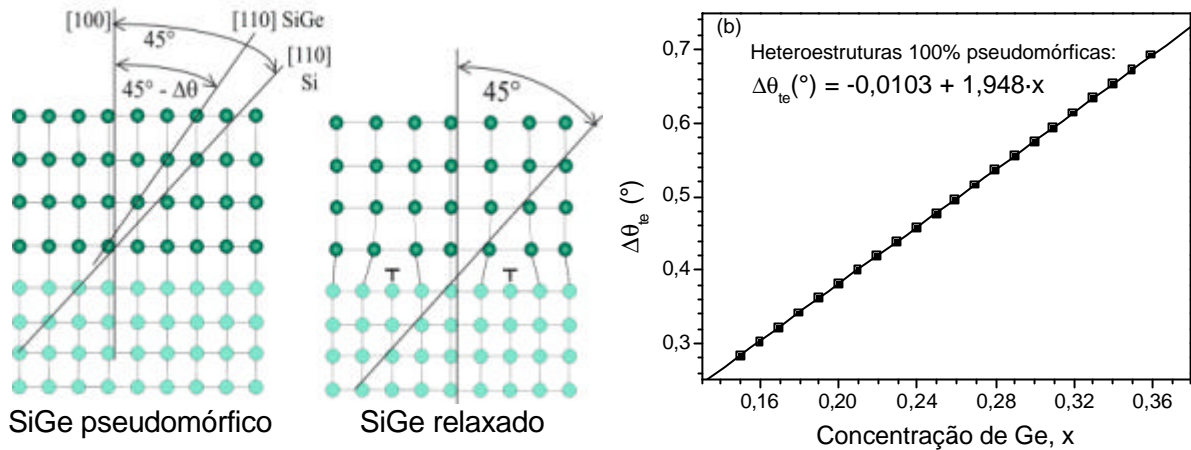


Fig. 3.7. (a) Direções de eixos cristalográficos em estruturas pseudomórficas e relaxadas de SiGe/Si. (b) Desvio angular $\Delta\theta_{te}$ calculado pela teoria elástica para a estrutura tetragonal do SiGe pseudomórfico em função da concentração de Ge.

Conhecido o valor do desvio angular $\Delta\theta$, o grau de relaxação R pode ser obtido a partir da relação:

$$R(\%) = \left(1 - \frac{\Delta\theta}{\Delta\theta_{te}}\right) \cdot 100$$

válida para desvios $\Delta\theta$ pequenos.

3.3.3 Detecção por recuo elástico – ERD

ERD é uma técnica complementar ao RBS na qual íons pesados são usados para perfilar elementos mais leves distribuídos numa matriz. Os conceitos físicos envolvidos são similares aos da técnica RBS.

No presente trabalho a técnica de ERD foi utilizada para determinar a quantidade relativa de He presente em amostras de Si e SiGe/Si que foram implantadas e submetidas a tratamentos térmicos. O arranjo experimental está esquematizado na figura 3.8. Íons de C^{4+} com 10 MeV de energia incidem na amostra a um ângulo rasante, penetram na mesma, e, via colisões cinemáticas, espalham átomos de He implantados. Os átomos de He espalhados num ângulo de 30° em relação à direção do feixe de íons incidente são coletados por um detector de estado sólido.

Um filtro de partículas deve ser colocado em frente ao detector para evitar a incidência de íons de C retroespalhados, que podem causar uma excessiva taxa de contagens ou até mesmo danificar o detector. O filtro de partículas (que em nossos ex-

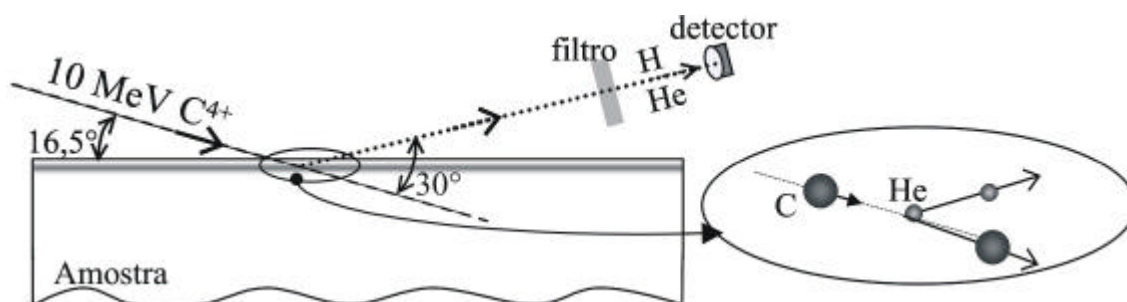


Fig. 3.8. Esquema do arranjo experimental numa análise por ERD.

perimentos é um mylar com $\approx 13 \mu\text{m}$ de espessura) deve ser suficientemente espesso para parar todos os íons que são retroespalhados, porém, suficientemente fino para deixar passar as partículas de interesse, absorvendo apenas parte de sua energia. O problema é que o uso de filtros causa uma dispersão muito grande na energia das partículas que são detectadas, de forma que a resolução em profundidade acaba sendo muito pequena comparada com a resolução da técnica de RBS.

A figura 3.9 mostra um espectro de ERD de uma amostra de Si implantada com $1 \times 10^{16} \text{ He/cm}^2$. Além do sinal do He implantado, que pode ser visto numa escala mais apropriada no *inset* da figura, verifica-se também um pico intenso devido ao H que está presente na superfície de todas as amostras de Si. Apesar da alta dispersão nas contagens do sinal do He, a técnica tem se mostrado suficientemente precisa para determinar valores relativos de concentração de He em diferentes amostras.

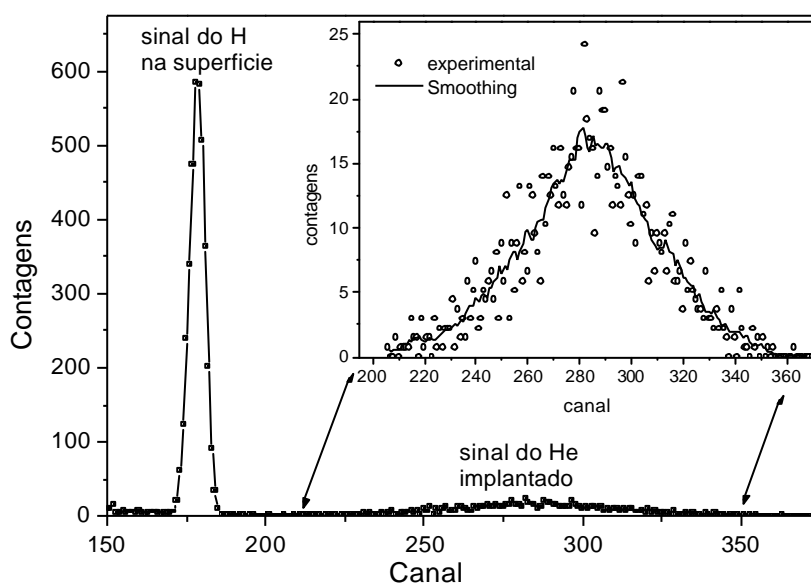


Fig. 3.9. Espectro ERD de uma amostra de Si implantada com $1 \times 10^{16} \text{ He/cm}^2$ de 30 keV.

No presente trabalho a informação de interesse no espectro ERD é a integral da área do sinal do He, cujo valor será comparado para amostras processadas com diferentes parâmetros experimentais.

3.4 – Microscopia Eletrônica de Transmissão – TEM

A técnica de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) está baseada na interação de um feixe de elétrons ao atravessar um alvo fino. Durante sua trajetória dentro do alvo, os elétrons tanto podem ser espalhados devido a uma variedade de processos como também não serem afetados pelo alvo. O resultado final é uma distribuição não uniforme de elétrons emergindo da amostra. É nesta distribuição não uniforme que está contida toda a informação estrutural e química da amostra.

Em linhas gerais, o microscópio consiste em um filamento no qual é extraído um feixe de elétrons coerentes, que são então acelerados tipicamente por um potencial de 100 a 400 kV. Sistemas de lentes eletromagnéticas permitem colimar e ajustar a iluminação do feixe de elétrons sobre a amostra. Outro sistema de lentes eletromagnéticas permite focalizar os elétrons transmitidos definindo-se um plano onde se forma o padrão de difração e um plano onde se forma a imagem. Um terceiro sistema de lentes é responsável pela magnificação das imagens. Finalmente, uma abertura localizada no plano da difração permite separar os elétrons espalhados dos que não são espalhados pela amostra.

Em decorrência das interações entre os elétrons e os átomos alvo, três tipos básicos de contraste (diferenças de intensidade) podem ser gerados [55 - 57]:

i) contraste massa-espessura: origina-se do espalhamento não coerente de elétrons. Aumenta fortemente com o número atômico Z , a densidade e a espessura da amostra. No nosso caso permite diferenciar o filme de SiGe do substrato de Si (Fig. 3.10(a)).

ii) contraste de difração: origina-se devido à difração dos elétrons em planos cristalinos. Para se otimizar o contraste de difração é necessário inclinar a amostra de modo a se obter apenas o feixe direto e o feixe difratado por uma determinada família de planos. Quando a imagem é formada com base no feixe direto, tem-se contraste de campo claro. Quando a imagem é formada por um dos feixes difratados, tem-se

contraste de campo escuro. Os feixes usados para formar a imagem são selecionados através de uma abertura localizada no plano de difração (abertura da lente objetiva). O contraste de difração é muito usado para visualizar defeitos numa matriz cristalina. Em nossos experimentos o contraste de difração é usado para observar discordâncias tipo *misfit* (Fig. 3.9(b)), tipo *threading* (Fig. 3.11(c)) e anéis (Fig. 3.10(b)).

iii) contraste de fase: esse tipo de contraste surge devido a uma mudança no potencial interno médio em amostras com diferentes constituintes. No presente trabalho, o contraste de fase está sendo usado principalmente para caracterizar bolhas ou cavidades, como ilustrado nas micrografias das figuras 3.10(a) e 3.11(a). A mudança no potencial interno médio causa uma diferença de fase entre elétrons que atravessam

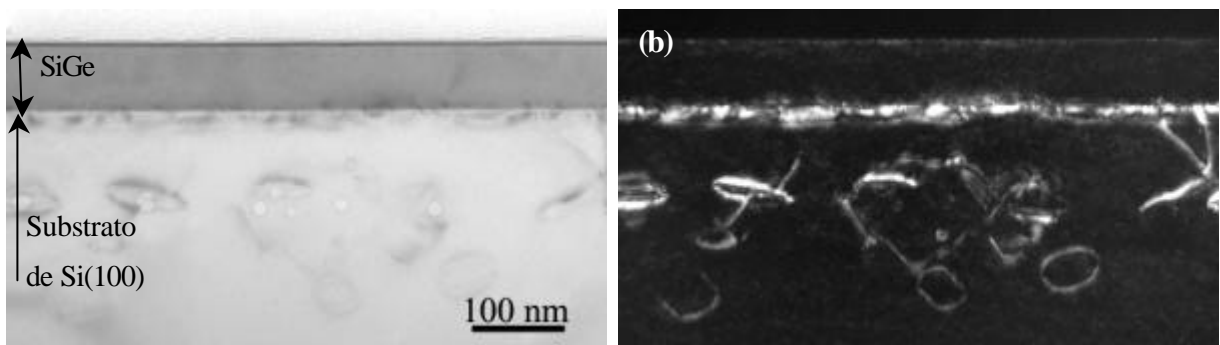


Fig. 3.10. Imagens X-TEM de uma heteroestrutura de SiGe/Si(100) após implantação de He e recozimento a 850°C. (a) imagem de campo claro mostrando a camada de SiGe/Si e cavidades de He; (b) imagem de campo escuro mostrando anéis de discordâncias próximos das cavidades e discordâncias de *misfit* na interface SiGe-Si.

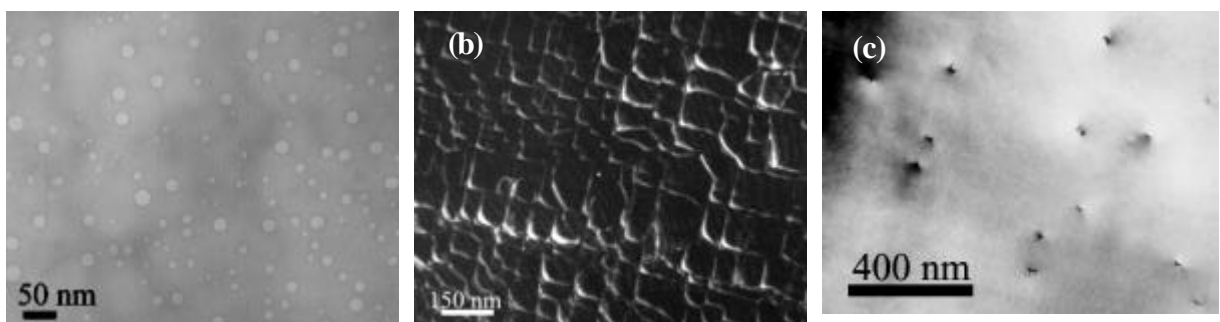


Fig. 3.11. Imagens PV-TEM de uma heteroestrutura de SiGe/Si(100) após implantação de He e recozimento a 850°C. (a) imagem de campo claro mostrando sistema de cavidades, via contraste de fase; (b) imagem de campo escuro (contraste de difração) mostrando a rede de discordâncias de *misfit* na interface SiGe-Si; (c) imagem de campo claro mostrando TDs (pontos escuros) na camada de SiGe (contraste de difração).

a cavidade (ou bolha) e outros que passam numa região próxima onde o cristal é perfeito, dando origem a franjas de Fresnel na interface cavidade-matriz. Esse efeito somente ocorre quando a lente objetiva do microscópio é desfocada. Se a lente objetiva for “subfocada”, cavidades serão vistas como discos claros contidos dentro de um anel (franja de Fresnel) escuro. No caso da lente objetiva ser “sobrefocada”, as cavidades serão vistas como discos mais escuros contidos dentro de um anel claro.

Existem duas geometrias para analisar uma amostra por TEM:

i) vista-planar (PV-TEM): o feixe de elétrons é incidido perpendicularmente na superfície da amostra, conforme ilustrado na figura 3.12(b). Em nossos experimentos essa geometria é usada para estudar a distribuição e densidade de cavidades de He, a rede de discordâncias tipo *misfit* na interface SiGe/Si e a densidade de discordâncias tipo *threading* na camada de SiGe. Exemplos são mostrados na figura 3.11.

ii) secção-transversal (X-TEM): nessa geometria o feixe de elétrons é incidido numa direção paralela à superfície, conforme está ilustrado na figura 3.12(c). Em nosso caso as amostras são preparadas de forma que essa direção seja próxima da direção [110] do Si(100). Essa geometria dá informações sobre o perfil de distribuição em profundidade das cavidades, bem como a existência de discordâncias. As micrografias da figura 3.10 são exemplos típicos.

As amostras usadas no presente trabalho foram preparadas por polimentos mecânicos seguidos por desbaste iônico. Maiores detalhes sobre a técnica de TEM e as preparações de amostras podem ser encontradas nas referências [55 - 57].

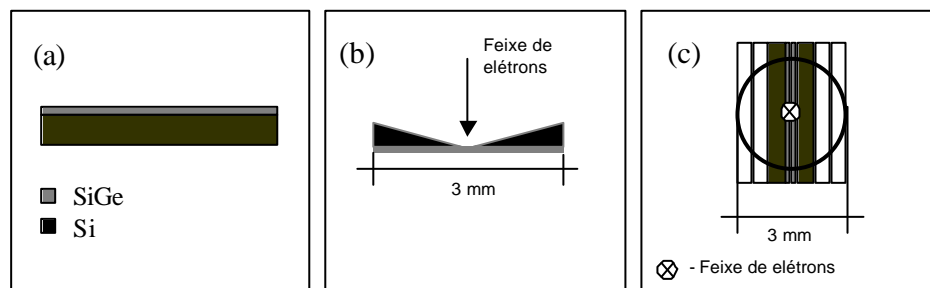


Fig. 3.12. (a) Amostra de SiGe/Si; (b) Vista lateral de uma amostra PV-TEM; (c) Vista superior de uma amostra X-TEM.

3.4 Microscopia de Força Atômica - AFM

Em análises com AFM imagens são geradas através da medida das forças de atração ou repulsão entre a superfície de uma amostra e uma ponta com dimensões atômicas que varre a amostra. Essa varredura é feita por intermédio de um sistema piezoelétrico (cerâmicas com propriedades piezoelétricas) com deslocamento nas posições x, y e z, com precisão de décimos de Å, controlado por um circuito com realimentação.

No presente trabalho, microscopia de força atômica foi utilizada com o propósito de obter uma análise topográfica da superfície das amostras de SiGe/Si antes e após o processo de relaxação, monitorando assim sua rugosidade. A morfologia da superfície das camadas de SiGe relaxadas é um parâmetro essencial para o posterior crescimento de camadas de Si tensionado. A rugosidade da camada de Si tensionado vai afetar crucialmente suas propriedades de transporte eletrônico*.

As análises com AFM foram realizadas no Centro de Pesquisas Jülich, na Alemanha.

* K. Uchida, H. Watanabe, A. Kinoshita, J. Koga, T. Numata, S. Takagi, *IEDM Tech. Dig. 2002*, v. 47 (2002)

Capítulo 4

Estudo da retenção de He em alvos de Si e de SiGe/Si

O principal objetivo desta tese é estudar os mecanismos que promovem a relaxação estrutural de camadas pseudomórficas de SiGe/Si implantadas com íons de He e Si e recozidas em altas temperaturas. Neste capítulo vamos mostrar através de medidas de detecção por recuo elástico (ERD) que em implantações rasas de He, como as usadas na relaxação de camadas de SiGe/Si, o conteúdo final de He acumulado nas amostras é inferior a quantidade implantada. Esses resultados estão em desacordo com o conhecimento existente na literatura. Como esse fenômeno pode afetar a nucleação e crescimento de bolhas de He, parece oportuno investigar a influência dos principais parâmetros de implantação e recozimento térmico sobre as perdas de He. Os resultados desse estudo serão apresentados e discutidos neste capítulo. Suas eventuais implicações no processo de relaxação de estruturas pseudomórficas de SiGe/Si serão discutidas no capítulo 5.

4.1 – Resultados Experimentais

Quando átomos de He são implantados em alvos cristalinos de Si ou SiGe/Si espera-se que os mesmos fiquem aprisionados dentro do alvo implantado, formando pequenos complexos em sítios vacantes (i. e., aglomerados He_mV_n), ou formando bolhas de He no caso de altas fluências de implantação ($>2 \times 10^{16}$ at. cm^{-2}). Entretanto, as medidas de ERD da figura 4.1 mostram um comportamento bem diferente. Heteroestruturas com 80 nm de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sobre Si(100) foram implantadas com 2×10^{16} He/ cm^2 nas energias de 15 e 30 keV. A área da curva é proporcional ao conteú-

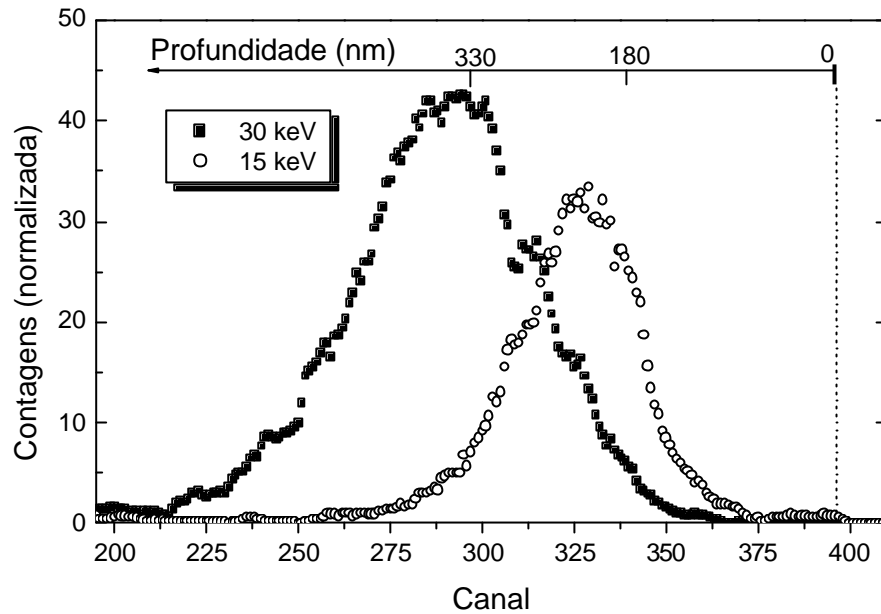


Fig. 4.1. Espectros ERD de amostras com camadas de 80 nm de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sobre um substrato de Si implantadas com 2×10^{16} He/cm^2 nas energias de 15 e 30 keV.

do de He e deveria ser igual para ambas as curvas. No entanto, a implantação de menor energia mostra que a quantidade de He não é preservada quando se diminui a energia de implantação.

Um indicativo de que ocorre uma redistribuição do He dentro da matriz implantada também pode ser observado por TEM. A figura 4.2 mostra uma micrografia caracterizando a microestrutura de uma amostra de Si(100) implantada com 15 keV de He a uma fluência de 4×10^{16} cm^{-2} . Nessa figura observa-se claramente a existência de uma alta densidade de cavidades esféricas com $\sim 1,5$ nm de diâmetro numa faixa entre as profundidades de 50 a 200 nm. Curvas representando a distribuição em profundidade dos átomos de He e de sítios vacantes produzidos por uma implantação de 15 keV (simulados pelo programa TRIM [34]) foram sobrepostas a imagem. Devido a baixa solubilidade, os átomos de He tendem a segregar formando bolhas (i.e., cavidades preenchidas com gás de He). Uma comparação direta entre as curvas e a imagem mostra que as bolhas se formaram na região em torno do máximo de concentração de vacâncias, e não do máximo de concentração de He implantado. Isso indica que ocorre uma redistribuição de He na direção da superfície da amostra, quer durante ou logo após a realização da implantação.

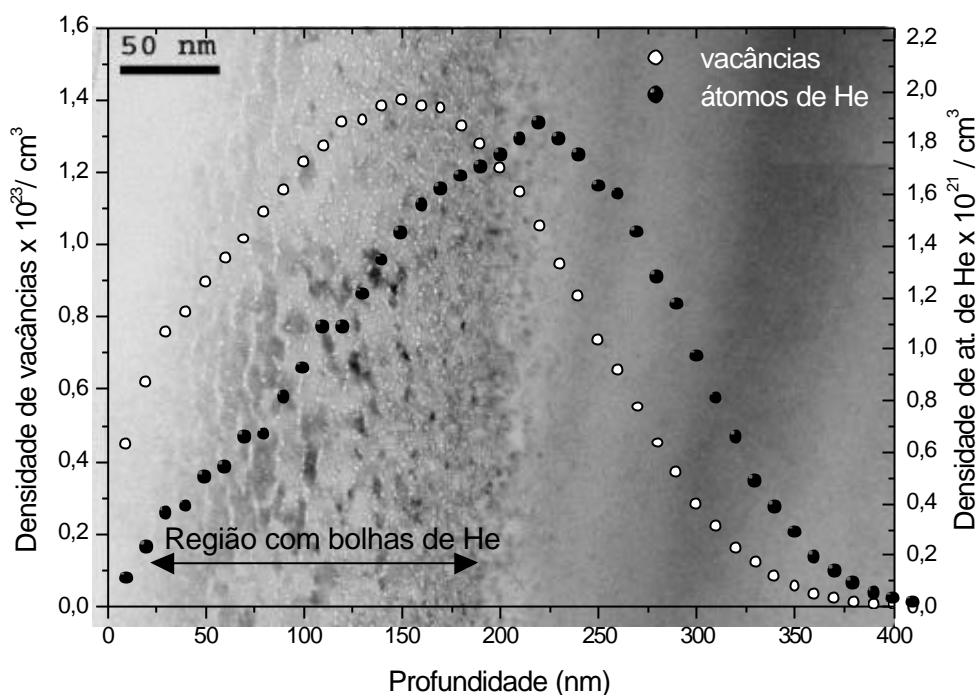


Fig. 4.2. Imagem X-TEM de campo claro de uma amostra de Si implantada com He⁺ de 15 keV na fluência de $4 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ sobreposta com os perfis de concentração de sítios vacantes e átomos de He implantados em função da profundidade, simulados através do programa TRIM.

Até o presente sempre se assumiu que todo o He implantado em alvos Si ficava retido na matriz [59, 62], ocorrendo perda de He por um processo de permeação e evaporação na superfície apenas quando as amostras são aquecidas a altas temperaturas. Contudo, os resultados das figuras 4.1 e 4.2 são fortes indicativos de que parte do He implantado pode se redistribuir e evaporar pela superfície mesmo em temperatura ambiente. Em princípio, essa perda de He pode afetar os mecanismos de nucleação e evolução de bolhas e formação de defeitos estendidos, como os anéis de discordâncias que desempenham um papel fundamental no processo de relaxação das camadas pseudomórficas de SiGe/Si.

Tais resultados motivaram um estudo mais sistemático sobre os prováveis efeitos de parâmetros experimentais como a energia, a fluência e a temperatura de implantação e de recozimento térmico na retenção de He. Devido à natureza “mais complexa” das amostras de SiGe/Si, os estudos foram inicialmente realizados usando substratos de Si(100). Os resultados obtidos são descritos na seqüência.

4.1.1 – Efeitos da energia e fluência de implantação

Para estudar mais sistematicamente o fenômeno da redistribuição e da perda de He descritos na seção anterior, amostras de Si(100) foram implantadas a temperatura ambiente com íons de He⁺ em fluências de 1×10^{16} a 4×10^{16} cm⁻², na faixa de energias entre 5 e 60 keV. A densidade de corrente do feixe foi mantida entre 150 nA cm⁻² (baixa energia) e 1 μA cm⁻² (alta energia). Os parâmetros de implantação (energia e fluência), bem como o alcance projetado e o desvio padrão da distribuição de He, o número de vacâncias produzidas por íon implantado e as perdas de He por eventos de retroespalhamento (estimados pelo programa TRIM) estão resumidos na tabela 4.1.

As amostras foram analisadas por ERD imediatamente após a implantação. Conforme já discutimos na seção 3.3.3 do capítulo 3, a quantidade de He contida numa amostra é diretamente proporcional a área (ou número total de contagens) do sinal que corresponde ao He no espectro ERD. Para estabelecer uma relação entre a quantidade de He presente em cada uma das amostras em função dos parâmetros das implantações, implementamos a seguinte sistemática de análise:

i) Usar a mesma quantidade de íons de C⁴⁺ para analisar todas as amostras. Isso permite uma comparação direta entre os espectros de diferentes amostras.

ii) Somar as contagens de todos os canais do espectro correspondentes ao sinal do He. Esse valor é denominado de área do sinal do He.

iii) Normalizar a área do sinal do He dividindo a mesma pelo valor da fluência da implantação. Essa normalização permite a comparação direta entre amostras implantadas com diferentes fluências na mesma energia.

Implantações de He ⁺ em Si							
Energia (keV):	5	10	15	20	30	40	60
Rp (nm):	73	136	192	245	337	422	560
ΔRp (nm):	36	61	79	92	112	126	145
Vacâncias / íon:	39	61	75	85	98	106	117
Perda por retroespalhamentos (%):	10,5	6,5	4,5	3	1,8	1	< 1
Perda média total (%):	95	89	78	58	18	5	0

Tabela 4.1. Parâmetros das implantações de He em Si calculados pelo programa TRIM e resultados das perdas médias de He medidas por ERD (figura 4.4).

iv) Estabelecer um padrão correspondendo a 100% de retenção com o qual serão comparados todos os demais valores de áreas. O padrão por nós estabelecido foi a soma das áreas dos espectros das amostras implantadas na energia de 60 keV dividida pela soma das respectivas fluências de implantação.

v) Por fim, a fração de He retida nas amostras foi expressa em termos da razão entre a área normalizada do sinal do He de cada uma das amostras (etapa iii) e a área do padrão estabelecido (etapa iv).

Os resultados das medidas de ERD obtidos de acordo com os procedimentos descritos acima estão sumarizados na figura 4.3, que expressa a fração de He retida em função da energia e da fluência de implantação. Os resultados mostram que aproximadamente todo o He implantado fica retido nas amostras quando as energias das implantações são da ordem ou superiores a 40 keV. Contudo, para energias menores que 40 keV a fração de He retida decresce rapidamente com a redução da energia de implantação, podendo chegar a 5% da fluência para uma implantação realizada com uma energia de 5 keV. Em todos os casos as perdas de He são bem superiores àquelas esperadas devido a eventos de retroespalhamento de íons de He durante a implantação (ver tabela 4.1). Se por um lado a energia dos íons desempenha um papel importante na retenção do He, dentro da precisão da técnica ERD, a fração

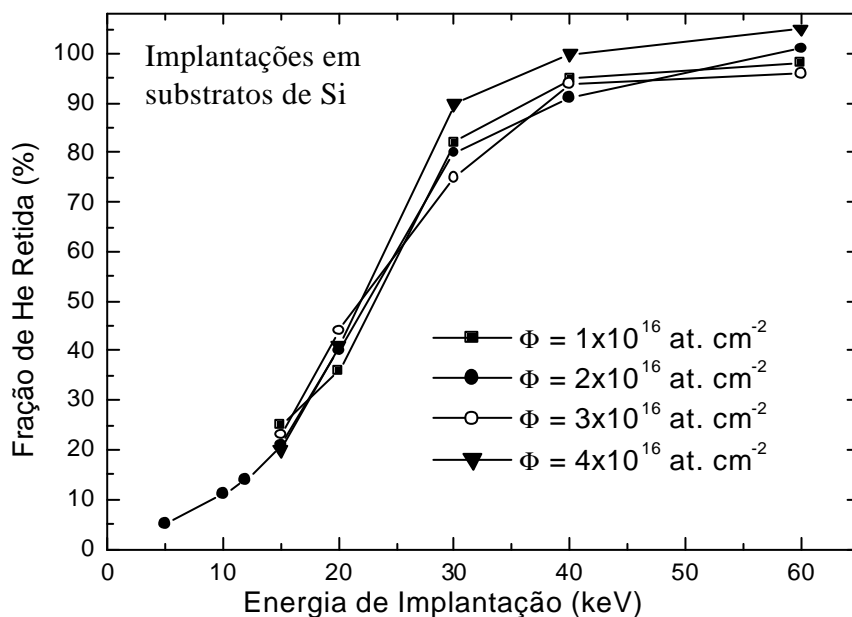


Fig. 4.3. Resultados de medidas de ERD mostrando a fração do He implantado que é retida no substrato em função da energia de implantação.

de He retida, por outro lado, mostrou ser independente da fluência de implantação. Esse comportamento pode não ser geral, mas vale pelo menos na faixa de fluências entre 1×10^{16} e 4×10^{16} cm^{-2} .

Para efeitos de comparação, amostras com uma camada pseudomórfica de 80 nm de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}$ sobre $\text{Si}(100)$ foram implantadas com 2×10^{16} He/cm^2 em energias de 15 a 30 keV. A figura 4.4 mostra os resultados de retenção de He obtidos para essas estruturas, bem como a comparação direta com os valores médios obtidos nas implantações em substratos de Si. Aparentemente, a camada de SiGe não interfere no processo de permeação do He implantado. Experimentos similares também foram realizados em heteroestruturas com 400 nm de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}/\text{Si}$ e reproduziram os resultados da figura 4.4. Conclui-se, portanto, que a espessura da camada de SiGe não afeta a retenção de He durante implantações.

Amostras analisadas imediatamente após a implantação produziram resultados similares aos de amostras que foram implantadas e conservadas em temperatura ambiente por um período de 60 dias. Esse é um forte indicativo de que o processo de perda de He ocorre preferencialmente durante a implantação e não durante o período de repouso entre as implantações e as medidas de ERD, quando as amostras são mantidas no ar e a temperatura ambiente.

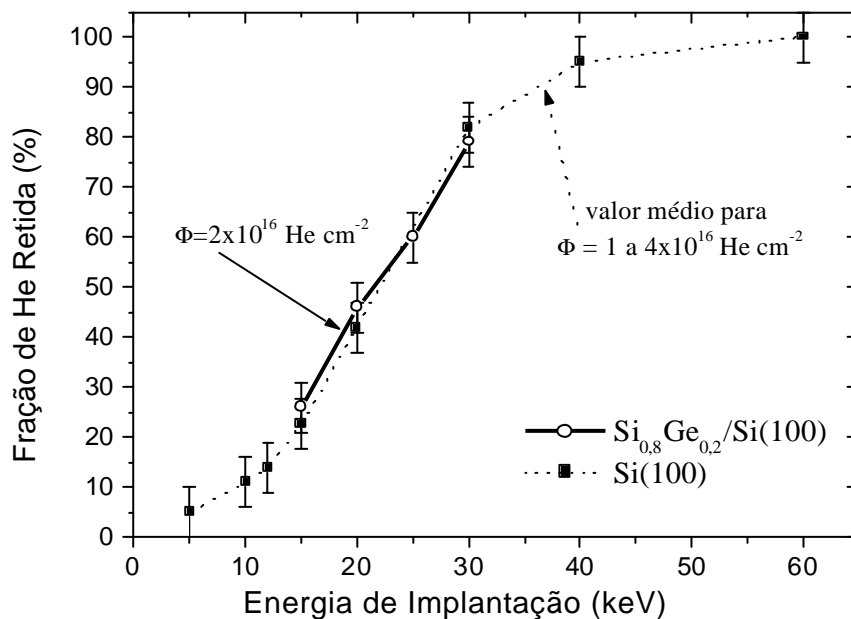


Fig. 4.4. Fração de He retida num substrato de SiGe/Si em função da energia de implantação para uma fluência de 2×10^{16} He/cm^2 . Também são mostrados os valores médios dos resultados da Fig. 4.3.

4.1.2 – Efeito da temperatura de implantação

A temperatura do substrato de Si durante o processo de implantação iônica é um parâmetro que afeta profundamente a microestrutura das amostras implantadas. Diminuir a temperatura da amostra durante a implantação reduz a taxa de recombinação de átomos intersticiais com vacâncias (recozimento dinâmico), aumentando assim o número residual de defeitos na matriz implantada. No caso de implantações nas quais a temperatura do substrato de Si for mantida acima de 100°C, ocorre uma precipitação de átomos de He na forma de pequenas bolhas esféricas que podem ser observadas por TEM.

Para verificar se as diferentes modificações microestruturais induzidas pela implantação afetam a retenção de He foram realizadas implantações de He em amostras de Si mantidas na faixa de temperaturas que inclui desde a temperatura do N₂ líquido até 350°C. O estudo foi realizado com duas energias de implantação distintas:

i) **40 keV**: caracteriza uma energia para a qual determinamos, nas implantações realizadas em temperatura ambiente, uma perda média de apenas 5%. Portanto, perdas adicionais podem ser diretamente associadas com fenômenos térmicos. A fluência de implantação usada foi 1×10^{16} He cm⁻².

ii) **20 keV**: é uma energia intermediária para a qual observamos perdas significativas de He nas implantações realizadas em temperatura ambiente. A fluência de implantação foi 2×10^{16} He cm⁻².

A fração de He retida em função da temperatura dos substratos de Si durante as implantações está representada na Fig 4.5 para as duas situações descritas acima. Nesse caso usamos como padrão a amostra implantada em temperatura ambiente na energia de 40 keV, onde foi considerado que todo o He implantado permaneceu retido.

No caso das implantações na energia de 40 keV os resultados evidenciam um contínuo aumento na perda de He com o aumento da temperatura do substrato de Si durante as implantações, sendo que no intervalo de temperaturas entre 25 e 350°C a quantidade de He retida diminuiu de 100% para 75%, respectivamente.

Já os resultados das implantações de 20 keV são mais complexos e envolvem pelo menos três regimes de temperaturas que apresentam comportamentos bem distintos. Nas implantações realizadas nas temperaturas de -196°C (N₂ líquido) e 25°C

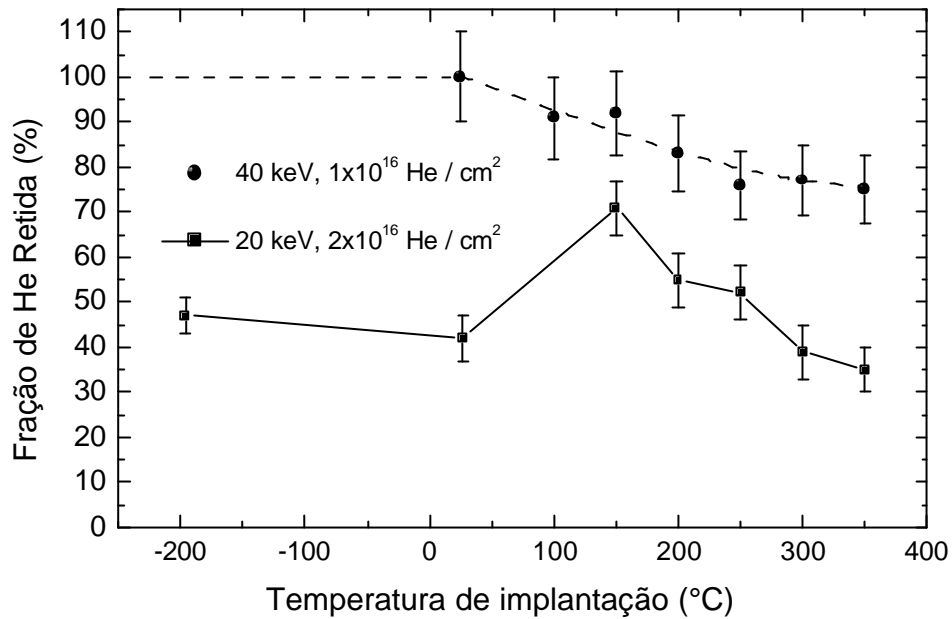


Fig. 4.5. Fração de He retida em amostras de Si em função da temperatura de implantação.

(temperatura ambiente) a quantidade de He retida foi praticamente a mesma, em torno de 45% para ambas as temperaturas. Contudo, aumentando a temperatura do substrato de Si de ambiente para 150°C verificamos que a quantidade de He retida aumentou de 45% para 70%, ou seja, houve um aumento de 55%. Para temperaturas de implantação acima de 150°C a quantidade de He retida decresce novamente com a temperatura, voltando a se igualar com o caso ambiente na temperatura de 300°C.

Cabe também ressaltar que nenhuma perda adicional de He foi observada nas amostras implantadas na energia de 20 keV após recozimento na temperatura de 150°C por um tempo de 2 horas, que é aproximadamente o tempo de duração das implantações.

Esses resultados evidenciam que as características microestruturais relacionadas com a formação de bolhas e de defeitos estendidos podem afetar a retenção de He e serão discutidos mais adiante.

4.1.3 – Efeito da temperatura de recozimento

A retenção de He também foi estudada em função da temperatura de recozimento para implantações de He em alvos de Si e de SiGe/Si.

i) alvos de Si: amostras de Si foram implantadas na faixa de temperaturas entre

100 e 350°C com 1×10^{16} He cm^{-2} na energia de 40 keV. As amostras como-implantadas foram partidas em pedaços menores que foram recozidos em temperaturas entre 400 e 700°C durante 600 segundos e analisadas pelas técnicas ERD e TEM em geometria transversal.

As medidas de ERD indicam que ocorre uma perda significativa de He durante recozimentos em temperaturas iguais ou superiores a 400°C. A figura 4.6 ilustra a fração de He retida em função da temperatura de recozimento para quatro temperaturas de implantação distintas. Para efeitos de comparação anexamos também os resultados da figura 4.5. De uma forma geral, para todas as temperaturas de implantação estudadas, os átomos de He tendem a permear para fora das amostras durante recozimentos térmicos em altas temperaturas. Porém, uma análise mais refinada dos resultados da figura 4.6 indica uma tendência de haver redução na perda de He com o aumento da temperatura de implantação.

A microestrutura das amostras como-implantadas e após recozimento foi analisada por TEM em amostras de secção transversal. As imagens de campo claro da figura 4.7(a) - (c) foram obtidas de amostras como-implantadas nas temperaturas de 150°C, 250°C e 350°C, respectivamente, e mostram que durante as implantações de He são formadas pequenas bolhas de formato esférico. Além das bolhas, estruturas

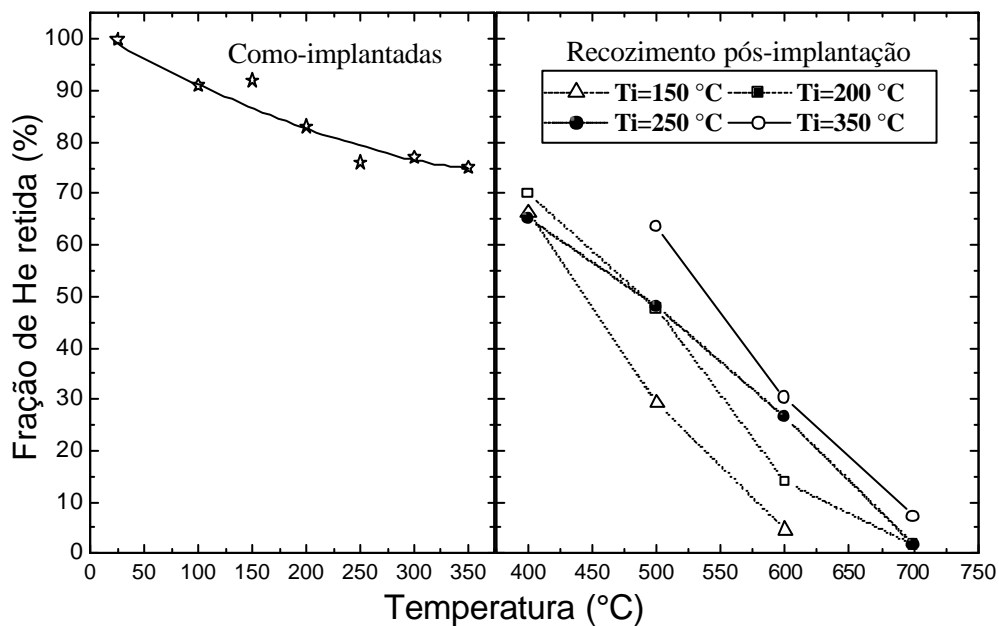


Fig. 4.6. Fração de He retida em amostras de Si em função da temperatura de implantação (Ti) e de recozimento térmico (Ta).

lineares apresentando forte contraste de difração (mais escuro) também podem ser observadas. Essas estruturas, identificadas como defeitos $\{311\}$ através de estudos de difração de área selecionada (SAD) [36], possuem comprimentos médios entre 9 e 13 nm e estão orientadas em direções preferenciais da matriz de Si. A evolução do sistema de bolhas e defeitos após recozimento térmico se mostrou bem complexa. As imagens da figura 4.7(d) - (f) correspondem respectivamente a evolução dos casos ilustrados nas figuras (a) - (c).

Usando o programa gráfico UTHSCSA Image Tool* determinamos o raio médio da distribuição de bolhas a partir de imagens X-TEM. Uma população média de 300 bolhas foi analisada para cada caso. Os resultados dessa análise estão resumidos na figura 4.8 que descreve o raio médio das bolhas em função das temperaturas de implantação e de recozimento. As barras de erro representam o desvio padrão da distribuição em tamanho das bolhas. Os resultados mostram que o tamanho médio das

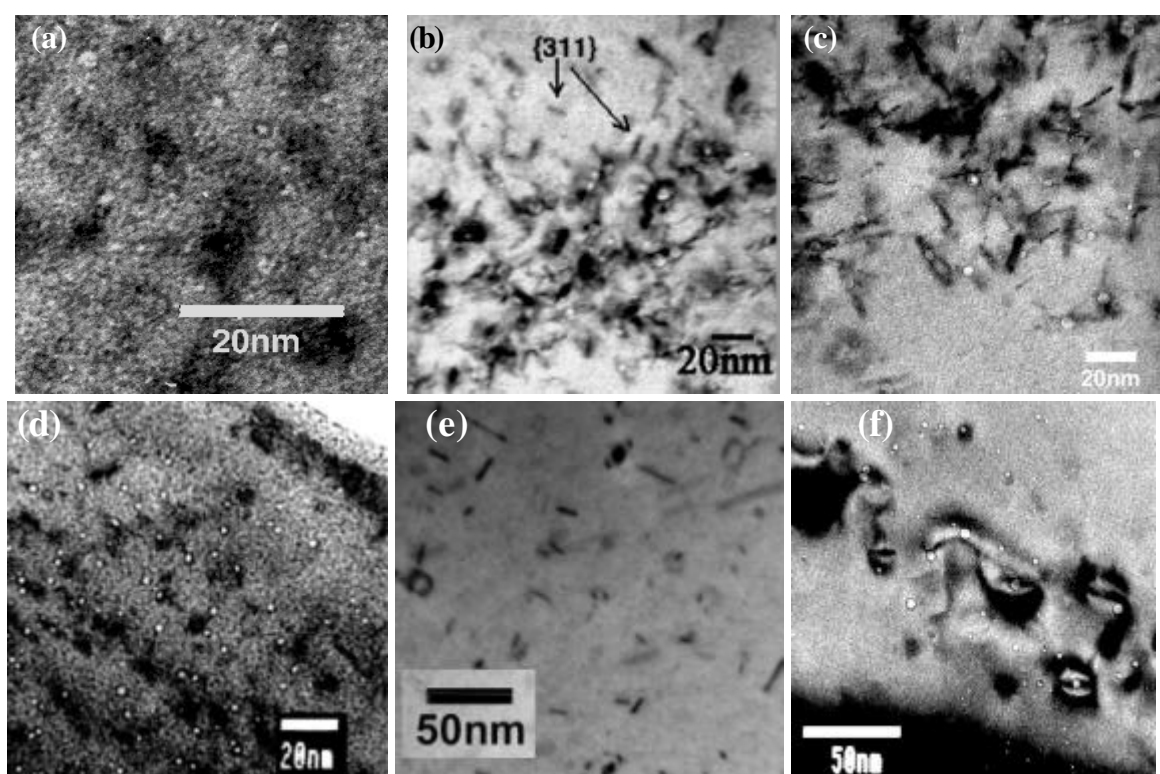


Fig. 4.7. Micrografias X-TEM de campo claro mostrando o sistema de cavidades em amostras como implantadas em (a) $T_i = 150^\circ\text{C}$, (b) 250°C , (c) 350°C ; e (d) $T_i = 150^\circ\text{C}$ + recozimento a 600°C , (e) $T_i = 250^\circ\text{C}$ + recozimento a 800°C , (f) $T_i = 350^\circ\text{C}$ + recozimento a 800°C .

* UTHSCSA Image Tool for Windows, version 3.00 [versão livre disponível para *download* na internet].
© Copyright 1995-2002, The University of Texas Health Science Center in San Antonio.

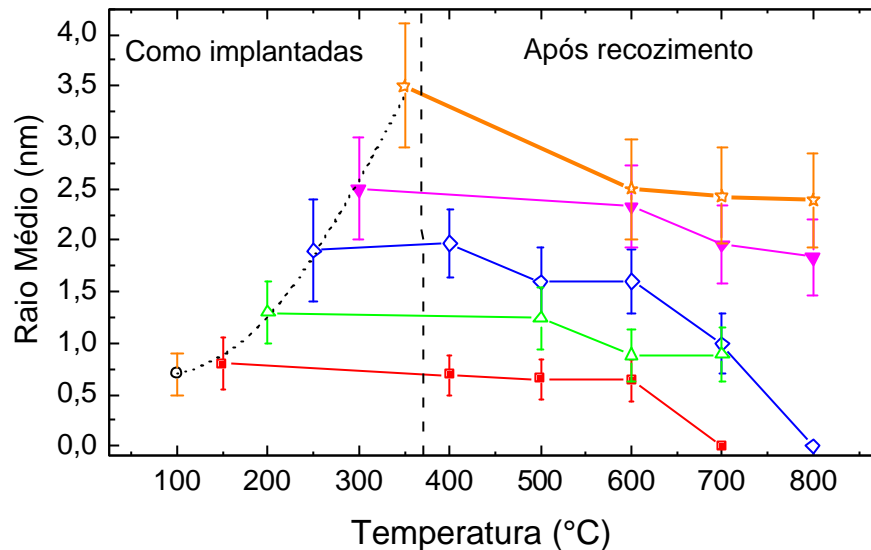


Fig. 4.8. Raio médio do sistema de bolhas determinado por X-TEM como função da temperatura de implantação e de recozimento térmico.

bolhas aumenta com o aumento da temperatura de implantação. Após recozimento, duas situações distintas podem ser observadas: a primeira para $150 \leq T_i \leq 250^\circ\text{C}$ no qual as bolhas são completamente dissolvidas em altas temperaturas de recozimento (ver figura 4.7(e)); uma segunda situação ocorre para $T_i \geq 300^\circ\text{C}$ onde observamos que ocorre um decréscimo em tamanho médio das cavidades após recozimentos térmicos a 800°C . Para efeitos de comparação, o sistema de cavidades observado em amostras de Si implantadas com He a temperatura ambiente na mesma energia e fluência e recozidas na temperatura de 800°C apresenta raio médio de 13 nm [29].

A evolução do sistema de defeitos formado durante a implantação também depende da temperatura de implantação e aparenta estar vinculada com a evolução do sistema de bolhas. A redução do tamanho médio das bolhas em função do aumento da temperatura de recozimento está relacionada com a dissolução de grande parte dos defeitos, ou seja, átomos intersticiais de Si aprisionados em defeitos estendidos voltam a ocupar sítios vacantes nas bolhas. Uma descrição mais completa do assunto pode ser encontrada nas referências [36] e [58].

ii) alvos de SiGe/Si: heteroestruturas pseudomórficas com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ foram implantadas em temperatura ambiente com íons de He^+ de 37 keV na fluência de $1,5 \times 10^{16}$ at. cm^{-2} e então submetidas a recozimentos em temperaturas de 200 a 950°C por 600 segundos. Para temperaturas inferiores a 500°C

os recozimentos foram realizados em forno convencional. Os de mais alta temperatura foram realizados em forno RTA em ambiente de Ar.

Os resultados das medidas de concentração de He em função da temperatura de recozimento, obtidos por ERD, estão representados na figura 4.9. A amostra como-implantada foi usada como padrão de referência com 100% de retenção. Os átomos de He mostraram ser estáveis na amostra recozida em 200°C, porém com o aumento da temperatura de recozimento os átomos de He começam a permear para fora das amostras de SiGe/Si. A taxa com que os átomos de He evaporam pela superfície das amostras é bastante acentuada para recozimentos realizados entre 200 e 300°C, faixa de temperatura na qual cerca da metade dos íons de He implantados já evaporou. Quantidades de He <5% da fluência implantada foram obtidas nas amostras recozidas em temperaturas $\geq 650^\circ\text{C}$. A caracterização destas amostras por RBS/C será apresentada e discutida no próximo capítulo.

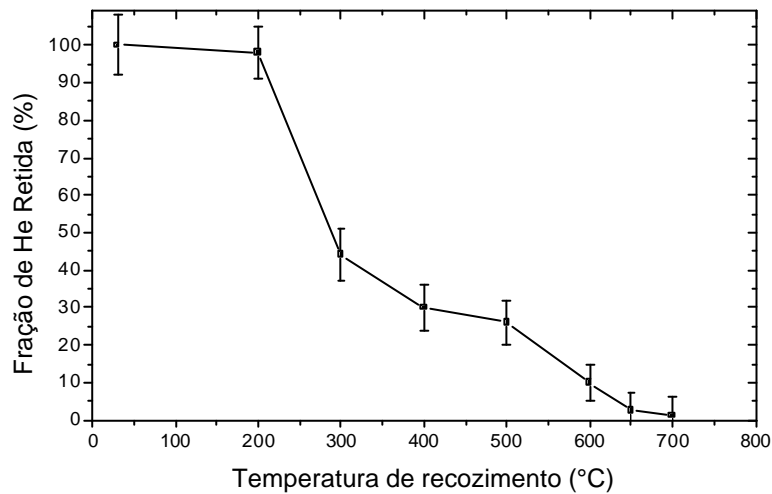


Fig. 4.9. Fração de He retida em amostras com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantadas com $1,5 \times 10^{16} \text{ He}^+ \text{ cm}^{-2}$ na energia de 37 keV após recozimentos de 600 s nas temperaturas indicadas.

4.2 – Discussão

Os resultados experimentais apresentados nesse capítulo demonstram que nem sempre todos os átomos de He implantados em alvos do tipo Si e SiGe/Si estão localizados dentro dos mesmos imediatamente após as implantações. Esse fenômeno

de perda de He é bastante acentuado em implantações rasas, isto é, para energias mais baixas que 40 keV. Essa é uma situação surpreendente uma vez que o conceito estabelecido na literatura é o de que ocorre retenção de 100% no caso de implantações de He em Si, mesmo para uma energia de implantação tão baixa como 2,5 keV [59].

Dentre os parâmetros experimentais investigados, a energia dos íons e a temperatura das amostras durante o processo de implantação iônica foram os que apresentaram efeitos mais significativos na retenção de átomos de He implantados. Por outro lado, dentro da precisão de nossos experimentos, a retenção de He pela matriz implantada aparenta ser independente da fluência de implantação. Também estudamos as perdas de He decorrentes de recozimentos térmicos pós-implantação. Nesse caso verificamos que quanto maior a temperatura do recozimento maior é a quantidade de He que permeia para fora da amostra.

Uma visão geral do problema

De uma forma geral existem dois mecanismos distintos através dos quais pode ocorrer a saída de átomos de He através da superfície de uma amostra.

O primeiro mecanismo consiste no retroespalhamento de íons de He para fora da amostra. Esse processo de perda de He ocorre sempre que um íon incidente é espalhado num ângulo $>90^\circ$ (i.e, é retroespalhado) após colidir com um átomo do alvo. Como a probabilidade (ou secção de choque) de retroespalhamento tem uma dependência quadrática inversa com a energia, o número de íons de He retroespalhados aumenta com a diminuição da energia de implantação. Contudo, conforme mostrado a tabela 4.1, as perdas de He por retroespalhamento previstas através de simulações são pequenas frente aos valores determinados experimentalmente.

O segundo mecanismo de perda de He está relacionado com a difusão dos íons implantados. A figura 4.10 ilustra esta situação. A difusão dos átomos de He gera o alargamento do perfil de concentração de He em ambas as direções em torno do seu máximo. Contudo, como a amostra é finita numa das direções (na da superfície), pode ocorrer uma redistribuição difusiva dos átomos de He em direção a superfície, onde os mesmos evaporam.

Supondo que a difusão seja oriunda de fenômenos térmicos, para estimar as perdas de He precisamos dos valores dos coeficientes de difusão na faixa de temperatura próximas da ambiente. Entretanto, os dados mais completos de coeficientes de difusão (D) de He implantado em Si existentes na literatura contemplam somente a faixa de temperaturas entre $300 \leq T(^{\circ}\text{C}) \leq 900$ [60]. Conforme ilustrado na figura 4.11, ainda é possível extrapolar valores de D para a região de temperatura ambiente com base nos valores tabelados de energia de ativação (0,80 eV) e fator pré-exponencial de D ($7,6 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$). Todavia, esta é uma extrapolação muito

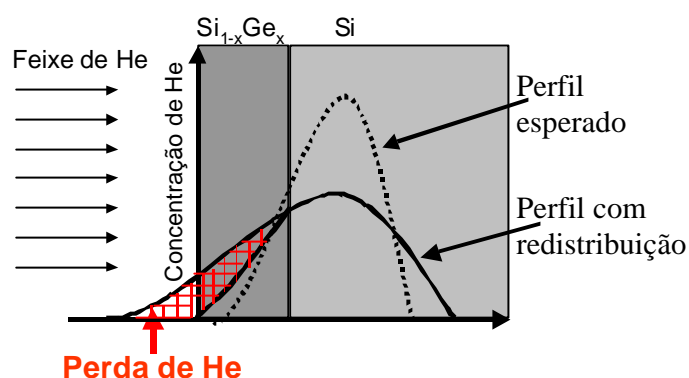


Fig. 4.10. Perdas de He implantado por meio de difusão.

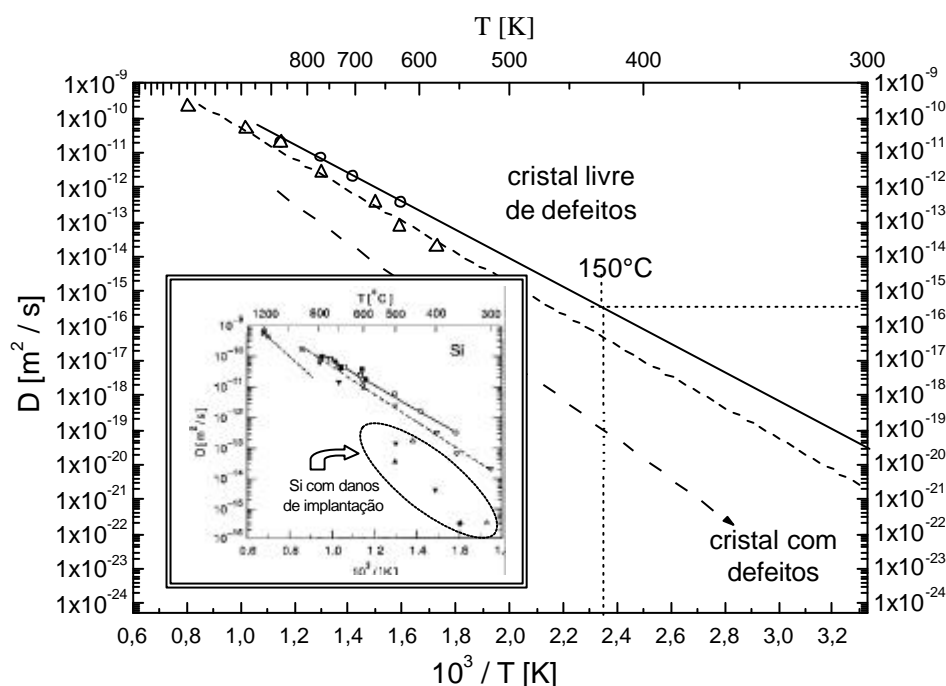


Fig. 4.11. Coeficientes de difusão de He em Si reportados por Jung [40] (figura menor) e sua extrapolação para a região de temperatura ambiente.

grosseira tendo em vista o fato de que os coeficientes de difusão são afetados pelos danos de implantação. Mesmo assim, considerando implantações realizadas em temperatura ambiente o valor extrapolado do coeficiente de difusão considerando para o cristal sem danos é muito baixo e não consegue explicar a perda de He medida. Por exemplo, numa aproximação inicial é razoável supor que para ocorrer uma perda significativa de He será necessário que o comprimento de difusão deva ser próximo do valor do alcance projetado R_p da implantação. Essa condição pode ser expressada como $R_p \approx \sqrt{D\Delta t}$, onde Δt é o tempo de implantação. Considerando o caso da implantação realizada em temperatura ambiente na energia de 20 keV e fluência de $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, onde $R_p \approx 250 \text{ nm}$ e $\Delta t \approx 1 \text{ hora}$, obtemos um coeficiente de difusão $D \approx 2 \times 10^{-17} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$, valor bem superior ao da extrapolação para o cristal sem defeitos. Considerando que uma implantação nesta fluência gera um nível considerável de danos no Si, o coeficiente de difusão seria menor que $10^{-20} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$.

Fatos experimentais também indicam que a perda de He não ocorre por difusão térmica normal. A primeira evidência está no fato de nenhuma perda adicional de He ter sido observada num período de 30 dias após as implantações, período durante o qual as amostras permaneceram armazenadas em ambiente seco em condições normais de temperatura e pressão. Contudo, uma evidência ainda mais forte está no fato de que nenhuma perda adicional de He foi medida em amostras implantadas e recozidas na temperatura de 150°C ($D \approx 10^{-16} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$) por 120 minutos, que é o tempo aproximado de uma implantação. Todas estas evidências tornam claro que o fenômeno da perda de He implantado ocorre preferencialmente durante a etapa de implantação, cessando logo após o término da implantação.

Portanto, devemos considerar que as perdas de He observadas não são decorrentes apenas de processos de difusão térmica. Em outras palavras, devemos considerar a possibilidade de haver outros mecanismos que aumentem a difusividade do He no Si. Um candidato em potencial é a difusão auxiliada por irradiação ou feixe de íons. Quando um alvo é bombardeado com feixe de íons, esses transferem uma grande quantidade de energia para o alvo durante a sua trajetória de entrada. Medidas experimentais têm mostrado que sob irradiação iônica a energia de ativação para a migração fica reduzida, aumentando assim a difusão de impurezas no alvo. Esse fato

poderia explicar porque as perdas ocorrem apenas durante as implantações.

No que segue vamos discutir os efeitos individuais de cada um dos diversos parâmetros experimentais investigados sobre as perdas de He por eventos de retroespalhamento e através de difusão.

Efeitos da energia de implantação

De uma forma geral, tanto a distribuição dos íons implantados como a dos defeitos causados na matriz são funções da energia de implantação. Com o aumento da energia temos não apenas o aumento da profundidade dos íons implantados, mas também uma variação do valor dos demais momentos da distribuição. Conforme discutimos no capítulo 2, a dispersão dos íons implantados pode ser parametrizada através do desvio padrão da distribuição, ΔR_p , cujos valores podem ser encontrados na tabela 4.1. A mesma tabela também mostra que o número de defeitos gerados no alvo (no caso vacâncias) aumenta consideravelmente com o aumento da energia de implantação. Para visualizar melhor esses aspectos, representamos na figura 4.12 o perfil em profundidade de vacâncias produzidas pela implantação e o perfil de distribuição em profundidade do He implantado para o caso de íons de He de 5, 20 e 60 keV de energia. É importante ressaltar que o perfil de vacâncias mostrado na figura é resultado de uma simulação computacional que não leva em conta a possibilidade de

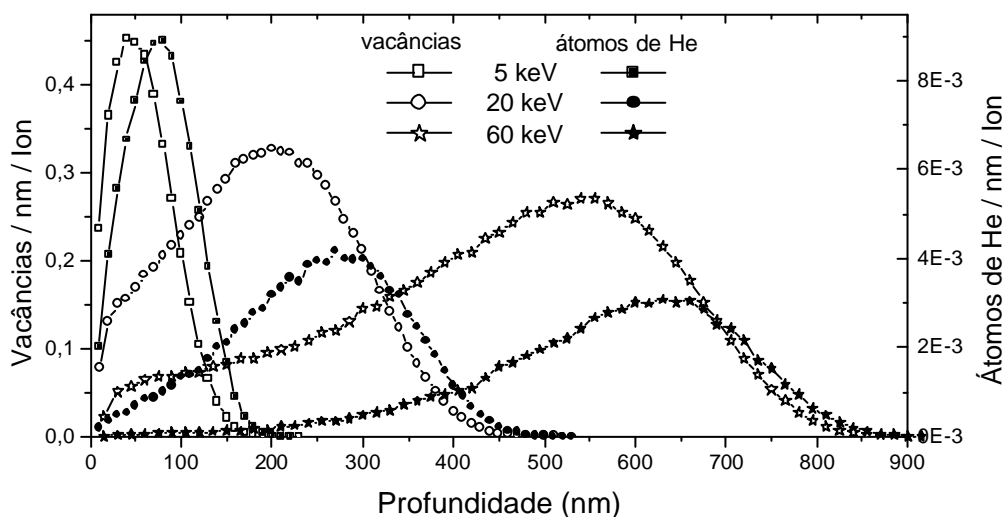


Fig. 4.12. Perfis de vacâncias e átomos de He em função da profundidade calculados pelo programa TRIM98 [34] para várias energias de implantação de He. As ordenadas podem ser convertidas em concentração multiplicando a escala pela fluência de implantação.

recombinação *in situ* de vacâncias e átomos intersticiais de Si (recozimento dinâmico).

Podemos ver na figura 4.12 que o perfil de implantação simulado é relativamente estreito para baixas energias de implantação. O aumento da energia causa o alargamento e a redução de intensidade (concentração de He) do perfil de distribuição dos átomos de He implantados. Assim, para uma dada fluência, baixas energias de implantação geram perfis com máximos de concentrações bem maiores quando comparados com implantações realizadas com energias mais altas. Por exemplo, na implantação de 5 keV temos uma concentração de pico aproximadamente 2,3 vezes superior em comparação a de 20 keV.

A forma do perfil de implantação também afeta a difusão do He. Quanto mais estreito e intenso for o perfil de implantação, maior será a densidade de fluxo de átomos de He. Portanto, de acordo com a figura 4.12, a difusão seria mais rápida nas implantações de menor energia. Aliado ao fato do perfil estar localizado mais próximo da superfície, podemos inferir que as perdas de He seriam maiores para as implantações com mais baixa energia. Outro possível efeito que pode contribuir com o aumento da perda de átomos de He está no fato do número de vacâncias geradas por íons incidente diminuir com a energia de implantação, conforme pode ser observado da tabela 4.1. Com menos vacâncias disponíveis, menor a possibilidade de o He estabilizar em complexos He_mV_n .

Em resumo, a diminuição da energia de implantação pode ser associada com quatro fatores que podem contribuir na difusão do He implantado, que são:

- aumento da concentração de pico;
- maior proximidade da superfície;
- redução do número total de vacâncias geradas por íon de He.

Por fim, a redução da energia de implantação também contribui com o aumento da perda de He através do aumento do número de íons que são retroespalhados para fora da amostra.

Efeito da fluência de implantação

Os resultados experimentais mostram que a perda de He não depende da fluência de implantação. Esse resultado também é surpreendente visto que, existem

significativas diferenças na microestrutura do alvo com o aumento da fluência de implantação de 1×10^{16} para $4 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$.

As vacâncias que sobrevivem ao processo de recozimento dinâmico podem se aglomerar com outras vacâncias formando divacâncias ou aglomerados maiores, os quais são estabilizados por átomos de He, resultando na formação de complexos He_mV_n [37]. A concentração e o tamanho dos complexos He_mV_n depende da fluência de implantação. No caso de altas fluências ($> 2 \times 10^{16} \text{ He / cm}^2$) um sistema condensado de bolhas esféricas é observado após a implantação. Para fluências menores que $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, bolhas de He são observadas apenas após recozimentos em temperaturas acima de 350°C [31]. Para fluências de implantação abaixo de $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ não foram observadas bolhas de He por TEM [37, 61].

Isso mostra que o fenômeno da permeação de He para fora das amostras é independente da formação ou não formação de cavidades de He durante o processo de implantação. No momento ainda não temos uma explicação clara para esse comportamento. Contudo, cabe ressaltar que as medidas de perda são relativas a fluência total implantada. Ainda não foi possível avaliar qual é a fração de átomos de He aprisionados em solução ou retidos em complexos que se dissociam dinamicamente. Caso essa fração seja independente da fluência de implantação, o argumento de difusão auxiliada por irradiação continua sendo uma explicação razoável.

Efeito da temperatura de implantação

Os resultados das medidas de ERD sumarizados na figura 4.5 indicam que a fração de He contida nas amostras também depende da temperatura do substrato durante as implantações. No caso das implantações mais profundas (40 keV, com $R_p = 422 \text{ nm}$) o aumento da temperatura de implantação causa um contínuo aumento na quantidade de He que deixa as amostras durante as implantações. Esse é o comportamento típico de mecanismos de difusão térmica.

Contudo, um comportamento mais complexo foi observado no caso das implantações realizadas na energia de 20 keV ($R_p = 245 \text{ nm}$). Nesse caso, para as implantações realizadas na temperatura do N_2 líquido e ambiente, que são os casos que

não levam a precipitação de He na forma de bolhas detectáveis por TEM, a quantidade de He retida é constante na faixa de 45%. Contudo, a quantidade de He retida aumenta significativamente quando a temperatura de implantação é de 150°C, temperatura na qual o He implantado já precipitou formando uma alta densidade de pequenas bolhas de He. Para temperaturas de implantação maiores que 150°C a quantidade de He retida diminui com o aumento da temperatura. Em comparação ao caso 40 keV, que apresentou comportamento semelhante nessa faixa de temperaturas de implantação, a taxa de perda de He é maior no caso 20 keV. Esse efeito pode ser associado com a profundidade de implantação: quanto mais próximo da superfície, menor a distância que o átomo de He precisa difundir antes de evaporar pela superfície da amostra.

Efeito da temperatura de recozimento

Devido a extremamente baixa solubilidade do He em sólidos, os átomos de He tendem a precipitar-se formando pequenos complexos de gás em sítios vacantes. No caso de metais, os átomos de He somente são liberados desses complexos durante recozimentos em temperaturas próximas a da fusão da matriz. Ao contrário, no Si o gás de He é liberado em temperaturas bem inferiores, deixando no Si cavidades vazias. Essas observações foram inicialmente reportadas por Griffioen *et al.* [62]. A permeação do He para fora do Si durante recozimentos térmicos é um fato aceito na literatura, porém poucas medidas experimentais foram reportadas até o momento. Raineri *et al.* [63] mostraram que a permeação depende da fluência de implantação, contudo, a energia das implantações de He não foi mencionada.

Na figura 4.13 os resultados de Raineri são comparados com os do presente trabalho. Uma inconsistência entre as medidas pode ser observada. No caso da implantação de He realizada na fluência de $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ (alvo: 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantado na energia de 37 keV), mostramos que o He já permeou para fora do alvo em temperaturas de recozimento bem inferiores aquelas reportadas por Raineri. A origem desta variação pode estar na energia de implantação.

No caso das implantações realizadas em temperaturas acima da ambiente a saída do He durante recozimentos térmicos pode ser relacionada com a evolução do sistema de bolhas. No caso $T_i = 150^\circ\text{C}$, onde as bolhas de He formadas durante as

implantações diminuem em tamanho até a sua completa dissolução em altas temperaturas de recozimento, os átomos de He tendem a permear para fora das amostras em temperaturas mais baixas comparadas com o caso $T_i = 350^\circ\text{C}$, onde cavidades vazias podem ser encontradas após a saída do He das amostras.

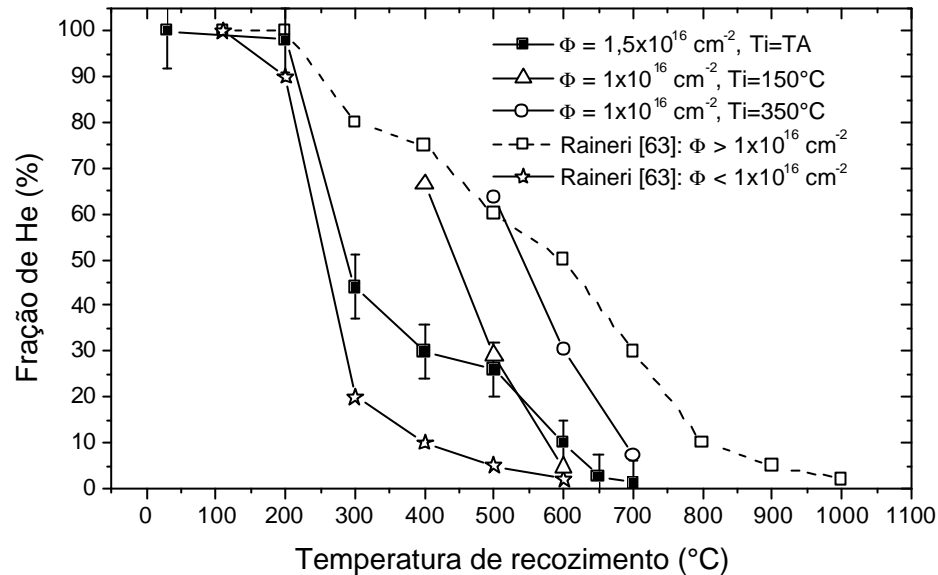


Fig. 4.13. Fração de He contida nas amostras após recozimentos térmicos.

4.3 – Conclusões

O estudo da retenção de He em alvos cristalinos de Si e SiGe/Si é um tema de interesse no presente trabalho, pois está diretamente relacionado com a nucleação e o crescimento de bolhas de He, processo precursor a relaxação estrutural de camadas tensionadas de SiGe/Si através do método de implantação iônica de He e recozimento térmico.

A primeira observação relevante é que, em certas implantações, o conteúdo final de He acumulado na amostra é inferior a quantidade de He implantada. Esse fato nunca havia sido reportado na literatura, onde sempre se assumiu que todos os átomos de He eram retidos no alvo implantado. Perdas de He podem ocorrer devido a eventos de retroespalhamento, que aumentam com a redução da energia, porém em quantidades pequenas frente aos valores determinados experimentalmente (veja tabela

4.1). Evidências experimentais também mostraram que esse fenômeno de perda de He ocorre preferencialmente durante as implantações, de forma que o fenômeno só possa ser entendido em termos de difusão auxiliada pela irradiação.

O fenômeno da saída do He durante as implantações foi caracterizado em termos dos parâmetros de implantação. Mostramos que a energia de implantação é o parâmetro mais crítico. No caso de implantações com energias mais altas que 40 keV, praticamente todos os átomos implantados foram encontrados no interior das amostras. Contudo, para energias menores que 40 keV, a quantidade de He implantada que fica retida nas amostras diminui rapidamente com a redução da energia de implantação, alcançando valores tão baixos como 5% para a energia de 5 keV.

Outro estudo relevante reportado nesse capítulo foi o de quantificar a permeação de He implantado em função da temperatura de recozimento. Mostramos que a temperatura de implantação afeta a permeação do He nas amostras. No caso de amostras de SiGe/Si mostramos que não se pode detectar mais a presença de átomos de He pela técnica ERD em amostras recozidas em temperaturas bem inferiores as reportadas em trabalhos anteriores [63]. Esse resultado será discutido em maiores detalhes no próximo capítulo, em conjunto com as alterações microestruturais induzidas nas amostras de SiGe/Si.

Capítulo 5

Relaxação estrutural de SiGe/Si(100): Implantações de He

Os resultados apresentados e discutidos neste capítulo referem-se ao estudo da relaxação estrutural de camadas pseudomórficas de SiGe/Si(100) induzida pela implantação de íons de He que é seguida por recozimentos térmicos. Através de estudos sistemáticos foi possível estabelecer quais parâmetros experimentais são mais sensíveis na promoção da relaxação de camadas tensionadas de SiGe. Além disso, será demonstrado que alguns desses parâmetros estão correlacionados, indicando a natureza complexa do problema. O capítulo encerra-se com a discussão dos resultados.

5.1 – Resultados experimentais

5.1.1 – Efeito da temperatura de recozimento

Para estudar o efeito da temperatura de recozimento térmico sobre a relaxação estrutural de heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si foram selecionadas amostras com camadas de SiGe de 150 nm de espessura e 26 at.% de Ge. Pedacos de amostras com aproximadamente 2x2 cm foram implantados com íons de He de 37 keV de energia na fluência de 7×10^{15} at. cm^{-2} . A simulação desses parâmetros pelo programa TRIM [34] resulta num alcance médio projetado de 370 nm com desvio padrão de 125 nm. Amostras com essas características foram selecionadas pelo fato da energia de implantação, 37 keV, estar próxima da região de energias para a qual a perda de He durante a implantação é muito baixa (veja as figuras 4.3 e 4.4). A escolha dessa energia particular vai ficar mais clara para o leitor na próxima seção, quando forem

discutidos os efeitos da energia de implantação.

Depois de implantadas as amostras foram submetidas a recozimentos com 600 s de duração no intervalo de temperaturas entre 200 e 950°C. Para temperaturas $\leq 550^\circ\text{C}$ os recozimentos foram realizados em forno convencional. Os de temperaturas $\geq 600^\circ\text{C}$ foram realizados em forno RTA em ambiente de Ar. As amostras foram analisadas pelas técnicas de RBS, RBS/C, varreduras angulares de RBS e por TEM. Os principais resultados estão resumidos abaixo.

Retenção de He

Devido a baixa fluência da implantação não foram realizadas medidas de retenção de He. A análise das amostras processadas na presente sistemática através da técnica ERD iria exigir um tempo de aquisição de espectros muito longo e com uma estatística de contagens relativamente baixa, o que acabaria gerando uma incerteza grande nos resultados. Contudo, um estudo similar visando a retenção de He em amostras de SiGe/Si foi apresentado e discutido no capítulo anterior para o caso de uma fluência de implantação mais alta ($1,5 \times 10^{16}$ He cm^{-2}). Como a retenção de He não apresentou dependência com a fluência de implantação no intervalo entre 1×10^{16} cm^{-2} e 4×10^{16} cm^{-2} , acreditamos que esta tendência possa ser estendida para a fluência de implantação de 7×10^{15} cm^{-2} . Uma discussão mais completa relacionando retenção de He com a relaxação estrutural na camada de SiGe será apresentada mais adiante.

Qualidade cristalina

A qualidade cristalina das amostras produzidas foi estudada através da técnica de RBS nas direções aleatória e canalizada. As análises foram realizadas com íons de He^{++} de 1,2 (medidas realizadas em Porto Alegre) e 1,4 MeV (em Jülich) e o detector posicionado num ângulo de 170° em relação ao feixe incidente. A figura 5.1 mostra os espectros de contagens *versus* canais (ou energia) de um conjunto de amostras representativas.

O espectro adquirido em direção aleatória foi usado para determinar com precisão a espessura e a concentração de Ge da camada de SiGe. Esse espectro também fornece uma referência para o nível de 100% de defeitos. A determinação da

espessura e da concentração de Ge foi realizada através da comparação entre os dados experimentais e os resultados de uma simulação. A figura 5.1 mostra o espectro simulado de uma camada de SiGe com 150 nm de espessura e 26 at.% de Ge sobre um substrato de Si, situação que resultou no melhor ajuste com o espectro experimental.

A comparação entre os espectros em direção canalizada permite averiguar a condição cristalina das amostras. Na figura 5.1 mostramos o espectro canalizado de uma amostra como-crescida e os de amostras implantadas e recozidas em temperaturas de 600°C, 800°C e 950°C. Devido a epitaxia, a interface da camada de SiGe com o substrato de Si não é visível no espectro canalizado no eixo <100> da amostra totalmente pseudomórfica, que constitui o caso de uma amostra como crescida. Contudo, a interface se torna visível a partir do momento em que ocorre a relaxação da camada de SiGe devido à formação de uma rede de discordâncias. A presença de discordâncias na interface determina um aumento no número de eventos de retroespalhamento nessa região e, se a rede de discordâncias for muito densa, ocorre também uma dispersão em ângulo do feixe, gerando uma decanalização pós-interface.

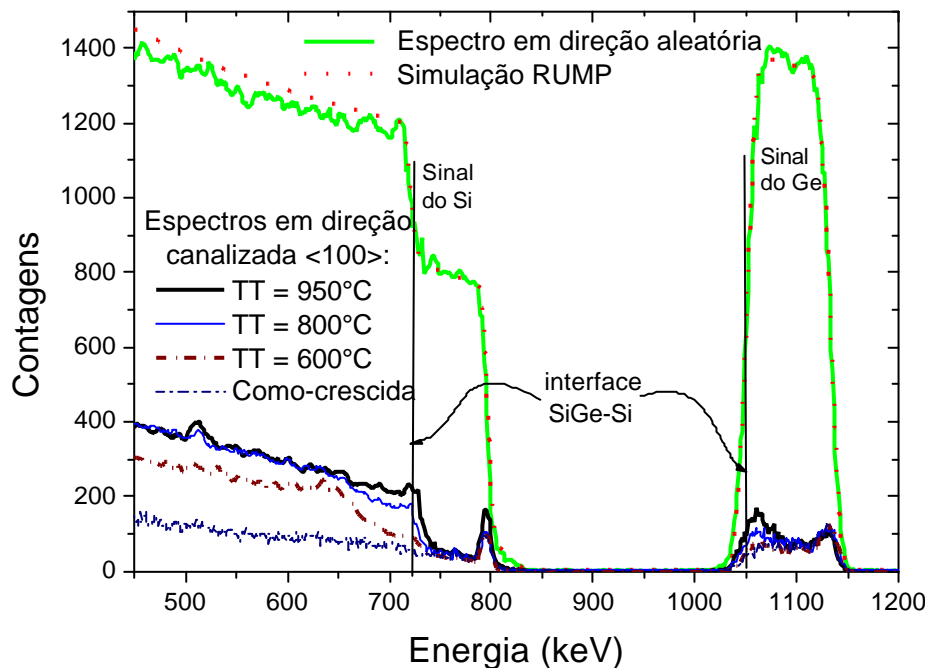


Fig. 5.1. Espectro de RBS em direção aleatória e a respectiva simulação através do programa RUMP de uma amostra de com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}$ sobre um substrato de Si. Espectros de RBS canalizados no eixo [100] de amostra de SiGe/Si(100) como crescida e de amostras implantadas com íons de He de 37 keV na fluência de 7×10^{15} at. cm^{-2} e recozidas a 600°C, 800°C e 950°C.

Todos os efeitos acima descritos podem ser observados nos espectros da figura 5.1. A medida em que a temperatura de recozimento é aumentada torna-se visível o aumento de contagens de eventos de retroespalhamento na região da interface, tanto no sinal do Si como no do Ge, o que indica um aumento do grau de relaxação com o aumento da temperatura. Próximo da superfície os espectros das amostras implantadas e recozidas são similares ao espectro da amostra como-crescida, indicando que os defeitos gerados pela implantação foram dissolvidos após os recozimentos em alta temperatura.

Medidas de relaxação estrutural

Simultaneamente com a etapa de canalização das amostras também foram realizadas as varreduras angulares de RBS em torno dos eixos cristalográficos [100] e [110] ao longo do plano (100) do SiGe. Por intermédio dessas varreduras angulares determinamos o grau de relaxação das camadas de SiGe, conforme descrito na seção 3.3.2 do capítulo 3. A figura 5.2 ilustra o método para algumas amostras. A curva representando uma amostra com relaxação de 100% não corresponde a um caso real, tendo sido inserida para efeito de comparação. Nas varreduras angulares, χ representa a razão entre o número total de contagens do sinal do Ge (intervalo de energia entre 1 e 1,2 MeV na figura 5.1) medido em direção aleatória e o número de contagens na mesma região medido em direção do eixo de zona, em função do ângulo de inclinação.

Para diferentes amostras, as varreduras angulares em torno do eixo [100] são similares quando centradas em 0° , e por isso somente uma delas é mostrada na figura 5.2. Contudo, na prática, o eixo [100] de uma amostra não é exatamente perpendicular a superfície, os valores dos χ mínimos (χ_{\min}) estão ligeiramente deslocados de 0° . A nossa análise consiste em ajustar uma função quadrática e assim determinar um valor numérico para a posição do χ_{\min} . O eixo da abscissa é então deslocado de forma a centrar a posição do χ_{\min} do eixo [100] em 0° . A varredura angular em torno do eixo [110] deve ser deslocada pelo mesmo valor. Realizada essa etapa, têm-se então os resultados das varreduras angulares em torno do eixo [110] da forma como estão mostrados na figura 5.2. Uma análise qualitativa dessa figura mostra que a medida que aumentamos a temperatura de recozimento o valor do χ_{\min} se desloca na direção de

45°, indicando o aumento do grau de relaxação com o aumento da temperatura de recozimento. A posição exata do eixo, determinada através do ajuste de funções quadráticas em torno do valor mínimo nas varreduras angulares, permite determinar com boa precisão o grau de relaxação da amostra. Os casos extremos são o da amostra como-crescida, que pelo fato de ser 100% pseudomórfica apresenta um desvio angular máximo ($\Delta\theta_{te}=0,496^\circ$ para 0,26 at. % de Ge) e o caso fictício de uma amostra não tensionada, ou seja, um amostra que teria um grau de relaxação de 100%, condição na qual o χ_{min} ocorre em 45°.

Os resultados obtidos a partir da análise da figura 5.2 são mostrados na escala da direita da figura 5.3, que expressa o grau de relaxação em função da temperatura de recozimento. Da maneira como estão apresentados os resultados indicam que a estrutura do SiGe é bem estável até temperaturas de recozimento da ordem de 600°C. Para temperaturas acima de 600°C o grau de relaxação aumenta quase que linearmente com o aumento da temperatura de recozimento.

A correlação entre a quantidade de He presente na amostra e a ativação dos mecanismos que geram a relaxação das camadas de SiGe será discutida em maiores detalhes na parte final deste capítulo. O que pode ser adiantado é que na faixa de tem-

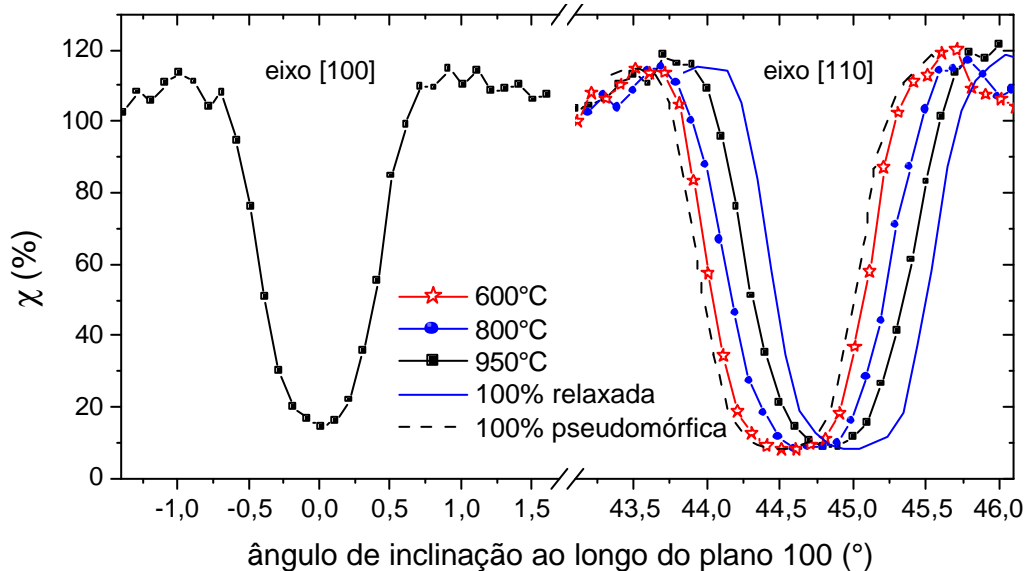


Fig. 5.2. Varreduras angulares de RBS em torno dos eixos [100] e [110] do SiGe de amostras de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantadas com 7×10^{15} He/cm² de 37 keV de energia e recozidas nas temperaturas de 600°C, 800°C e 950°C. Também são mostradas curvas representando camadas de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}$ como-crescidas (100% pseudomórficas) e 100% relaxadas.

peraturas entre 350 e 600°C ocorre a nucleação das bolhas de He e a formação dos anéis de discordância. Contudo, as discordâncias se tornam móveis apenas em temperaturas acima de 600°C, iniciando o processo de relaxação da camada de SiGe.

De acordo com os resultados da figura 5.3, maximizar o grau de relaxação das camadas de SiGe significa realizar o recozimento na temperatura mais alta possível! Contudo, se observarmos com cuidado os espectros de RBS/C da figura 5.1, podemos identificar que a superfície da camada de SiGe da amostra recozida em 950°C possui uma fina camada superficial de óxido. Isso se evidencia pela presença de um pequeno pico de contagens próximo da energia 500 keV, região de energias relacionadas com o elemento oxigênio. A camada amorfa de óxido na superfície também está refletida no aumento da intensidade do pico de superfície do Si. A oxidação da superfície implica numa alteração na concentração local de Ge, uma vez que a oxidação ocorre preferencialmente com átomos de Si, sendo o Ge “empurrado” para dentro da camada de SiGe, o que acaba alterando as características locais dessas amostras.

Na prática, a oxidação é um fato que não pode ser totalmente evitado em superfícies contendo Si submetidas a temperaturas da ordem de 900°C, e se acentua com o aumento da temperatura. Dessa forma, a oxidação da superfície acaba impondo um limite para a temperatura de recozimento das amostras. Temperaturas muito altas

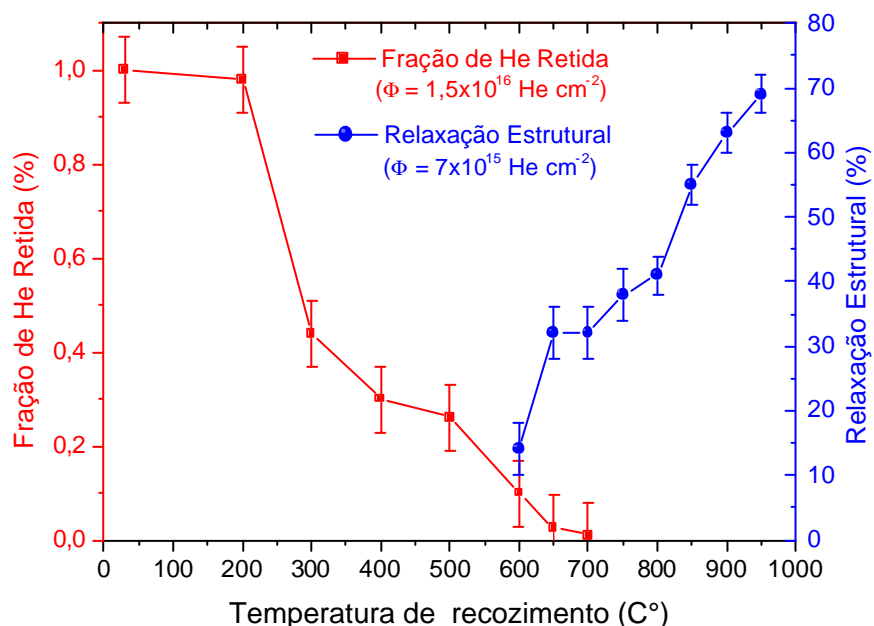


Fig. 5.3. Fração de He retida (esquerda) e grau de relaxação estrutural da camada de SiGe (direita) em função da temperatura de recozimento.

também não são muito “saudáveis” pois promovem relaxação através da nucleação de meio-anéis de discordância (*half loops*) na superfície da amostra, o que resulta numa alta densidade de defeitos na camada de SiGe [26].

Em resumo, foi demonstrado que o efeito da temperatura de recozimento afeta a retenção de He, a relaxação e a qualidade cristalina, bem como introduz um efeito de oxidação superficial modificando as características da superfície do filme. Nos estudos que seguem fixamos a temperatura dos recozimentos a 850°C, temperatura na qual se consegue produzir camadas de SiGe com altos valores de relaxação e de boa qualidade cristalina, e também minimizar a oxidação da superfície.

5.1.2 – Efeito da energia e da fluência de implantação

O estudo dos efeitos da energia e da fluência das implantações de He sobre a relaxação de heteroestruturas pseudomórficas de SiGe foram realizados em substratos com 127 nm de Si_{0,79}Ge_{0,21}/Si(100). Pedacos desses substratos foram implantados em temperatura ambiente com íons de He⁺ na fluência de 1,5x10¹⁶ at. cm⁻² nas energias de 20, 25 e 30 keV. Implantações com energias de 25 e 30 keV também foram realizadas com uma fluência de 7x10¹⁵ at. cm⁻². Depois de implantadas, as amostras foram submetidas a recozimentos em forno RTA a 850°C por 600 s em ambiente de Ar. Algumas amostras também foram recozidas a 400°C.

Os perfis da distribuição em profundidade do He implantado foram simulados através do programa TRIM e são apresentados na figura 5.4. A linha vertical tracejada representa a posição da interface da camada de 127 nm de Si_{0,79}Ge_{0,21} com o substrato de Si. No eixo vertical à esquerda representamos a razão entre a concentração de He em at. cm⁻³ e a fluência da implantação. O eixo vertical à direita representa a concentração absoluta de He para a fluência de implantação de 1,5x10¹⁶ at. cm⁻², e foi obtido através do produto do eixo da esquerda pela fluência de implantação. O alcance médio projetado das implantações está localizado aproximadamente a 100, 150 e 200 nm abaixo da interface SiGe/Si para as energias de 20, 25 e 30 keV, respectivamente. A figura 5.4 torna claro que, apesar do alcance médio projetado estar localizado dentro do substrato de Si uma quantidade significativa de He acaba sendo implantada na camada de SiGe. Porém, a quantidade de He na camada de SiGe pode ser reduzida se

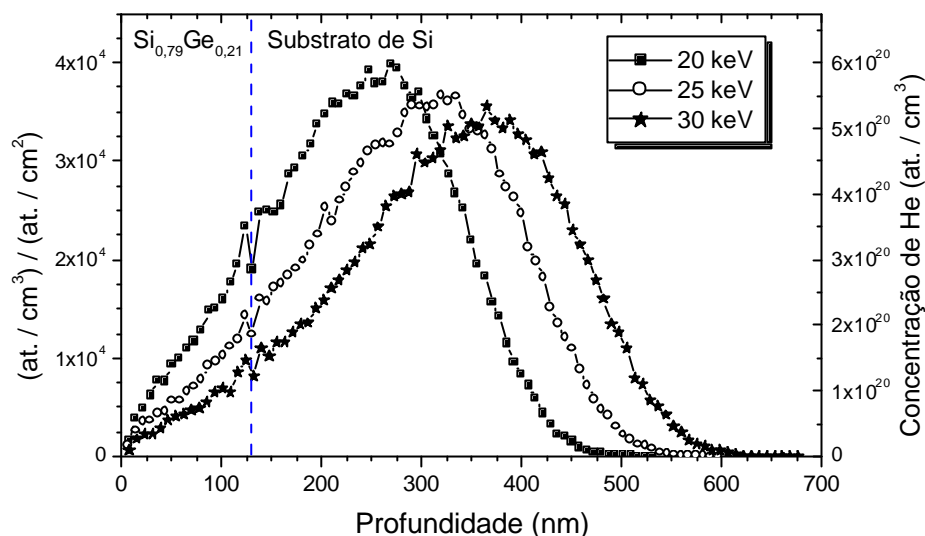


Fig. 5.4. Perfis de distribuição do He implantado em função da profundidade simulados pelo programa TRIM [34] para as energias de 20, 25 e 30 keV. O eixo vertical esquerdo representa a razão entre a concentração de He (at. cm^{-3}) e a fluência da implantação. O eixo vertical direito representa a concentração absoluta de He para a fluência de implantação de $1,5 \times 10^{16} \text{ at. cm}^{-2}$.

aumentarmos a energia da implantação e / ou reduzirmos a fluência de implantação. Mais adiante esses parâmetros serão relacionados com a morfologia e a distribuição em profundidade de bolhas de He formadas durante os recozimentos.

Os resultados das análises experimentais que serão apresentados a seguir foram agrupados de acordo com as técnicas de análise usadas na sua caracterização. Inicialmente apresentaremos resultados obtidos a partir da técnica de RBS e seus derivados, que proporcionam uma visão mais geral do problema. Finalmente, serão apresentados os resultados obtidos por TEM de conjunto de amostras representativas ou que apresentaram resultados promissores.

Caracterização por RBS e RBS/C

A figura 5.5 mostra os espectros de RBS/C medidos no eixo [100] da amostra como crescida e o de amostras implantadas e recozidas a 850°C . Devido a epitaxia das camadas, a interface SiGe-Si não é visível no espectro canalizado da amostra como-crescida. Entretanto, nas amostras parcialmente relaxadas, a interface se torna visível devido a presença de discordâncias tipo *misfit* (MDs) que produzem um aumento no número de eventos de retroespalhamento nesta região. No caso da implantação de maior fluência, a região da amostra onde se localizam as cavidades de He pode ser

vista no espectro de RBS/C. Na camada de SiGe, os espectros de RBS/C das amostras implantadas e recozidas são similares ao espectro obtido de uma amostra como-crescida, indicando condições similares de cristalinidade nessas amostras.

Adicionalmente também analisamos por RBS/C o caso de uma amostra como-implantada na energia de 30 keV e fluência de 7×10^{15} He cm^{-2} e após recozimento a 400°C por 600 s. Os resultados estão ilustrados na figura 5.6. A amostra como-cresci-

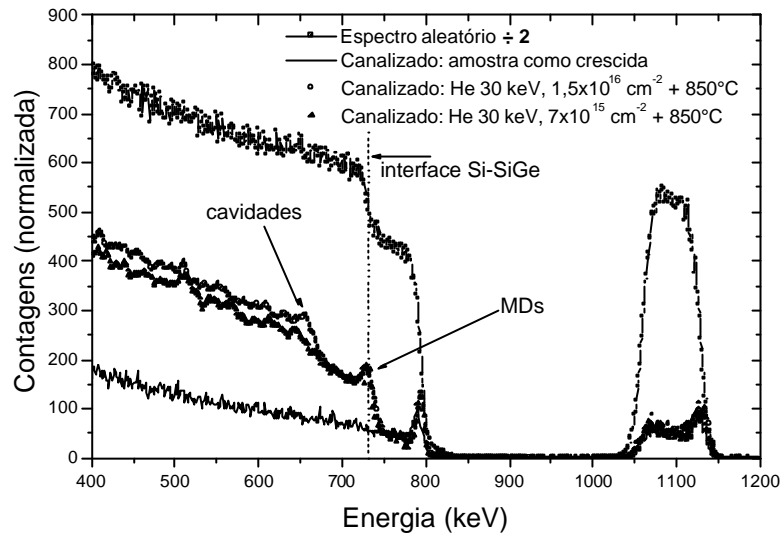


Fig. 5.5. Espectros de RBS aleatório e canalizado na direção [100] de uma amostra como crescida e amostras implantadas nas fluências de 7×10^{15} e $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ na energia de 30 keV. Os espectros foram obtidos a partir de um feixe de He^+ de 1,4 MeV.

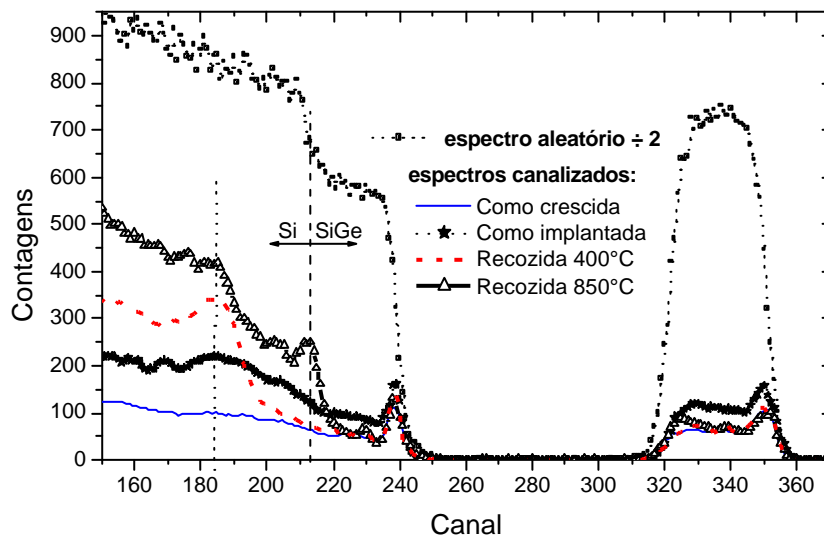


Fig. 5.6. Espectros de RBS/C de uma amostra como crescida ($\frac{3}{4}$), da amostra como implantada na fluência de 7×10^{15} He cm^{-2} e energia de 30 keV (\star) e amostras implantadas e recozidas a 400°C (---) e 850°C (-D-). Os espectros foram obtidos com um feixe de He^+ de 1,2 MeV.

da apresenta um χ_{\min} de 4,5% no sinal do Ge (calculado na região de canais 334 a 344). No espectro da amostra como implantada ocorreu um aumento na fração de íons descanalizados no filme de SiGe, resultando num χ_{\min} de 7,8%, e também no substrato de Si próximo da interface. Esse aumento no número de eventos de retroespalhamento é devido aos defeitos gerados pela implantação de He na estrutura cristalina nessa região da amostra.

Com o recozimento da amostra implantada na temperatura de 400°C por 600 s, a fração de íons descanalizados na camada de SiGe volta ao nível da amostra não implantada. Esse fato indica que os defeitos gerados na camada de SiGe pela implantação foram novamente dissolvidos e que a camada de SiGe recuperou sua qualidade cristalina. Contudo, um aumento acentuado na fração de íons descanalizados pode ser observado na região do espectro em torno do canal 185, que corresponde a uma profundidade da ordem de duas vezes a espessura da camada de SiGe, ou seja, em torno de 250 nm. Conforme reportado por Fichtner *et al.* [31], esse pico acentuado começa a ocorrer na temperatura de 300°C e aumenta com o aumento da temperatura de recozimento, atingindo um valor máximo em torno de 470°C, e decresce rapidamente para temperaturas mais altas. Esse fenômeno foi relacionado com a nucleação de bolhas de He planares, altamente pressurizadas, que geram campos de tensão na sua volta e deformam elasticamente os planos do cristal na vizinhança da bolha. Maiores detalhes a respeito de bolhas planares serão discutidos com a apresentação dos resultados obtidos por TEM.

O grau de relaxação das camadas de SiGe das amostras implantadas e recozidas na temperatura de 850°C foi determinado por meio de varreduras angulares de RBS/C ao longo do plano (100) em torno dos eixos [100] e [110]. A figura 5.7 mostra as varreduras angulares em torno do eixo [110] para uma amostra como crescida e para amostras implantadas com energias de 20 e 30 keV na fluência de $1,5 \times 10^{16}$ He/cm² e recozidas. Para fins de comparação, também inserimos uma curva fictícia ilustrando a situação de uma amostra totalmente relaxada. Nesse caso, para a amostra como-crescida foi medido um desvio angular $\Delta\theta = 0,39^\circ$, valor que está de acordo com o estimado pela teoria elástica ($\Delta\theta_{te} = 0,398^\circ$ para $x = 0,21$) e comprova que as amostras

como crescidas são totalmente pseudomórficas. Nas amostras implantadas e recozidas obtivemos desvios angulares $\Delta\theta = 0,075^\circ$ (20 keV) e $\Delta\theta = 0,13^\circ$ (30 keV), que correspondem a graus de relaxação de 81% e 67%, respectivamente. Os resultados da análise das demais amostras desta sistemática estão sumarizados na tabela 5.1.

Analisando os resultados da tabela 5.1 verificamos que, no intervalo de energia e de fluências estudado, o grau de relaxação variou entre 65% e 81%. Devemos também salientar que existe uma inversão de comportamento no grau de relaxação para as duas fluências de implantação estudadas. Na fluência de $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ o grau de relaxação diminui com o aumento da energia de implantação. Na fluência de $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ocorre um sutil aumento no grau de relaxação com o aumento da energia de 25

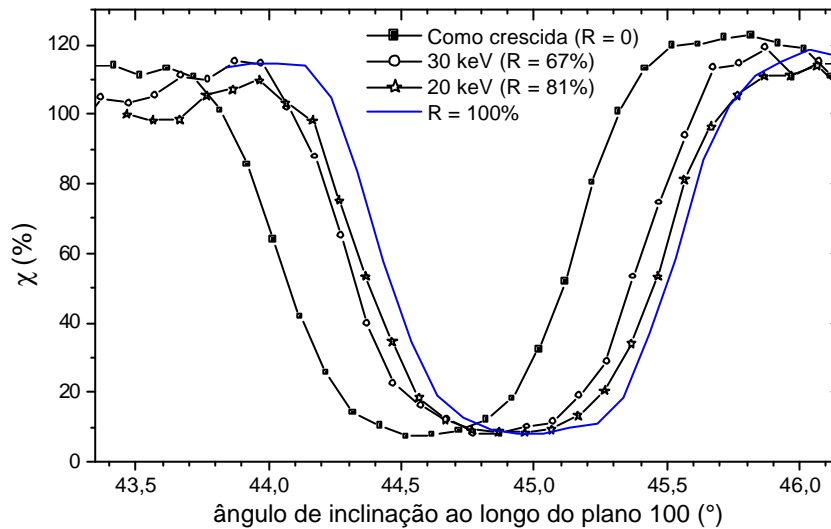


Fig. 5.7. Varreduras angulares de RBS em torno do eixo [110] do SiGe para uma amostra de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ como-crescida e amostras implantadas com $1,5 \times 10^{16} \text{ He/cm}^2$ com 20 e 30 keV de energia.

127 nm de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$					
Fluência de implantação (He cm^{-2}):	$1,5 \times 10^{16}$			7×10^{15}	
Energia de implantação (keV):	20	25	30	25	30
Profundidade de impl. da interface (nm):	≈ 100	≈ 150	≈ 200	≈ 150	≈ 200
Grau de Relaxação (%):	81	75	67	65	70
Densidade de TDs (cm^{-2}):	$>10^8$	$2,4 \times 10^7$	$1,5 \times 10^7$	-	3×10^6

Tabela 5.1. Sumário dos resultados de implantações de He^+ em heteroestruturas pseudomórficas com 127 nm de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ após recozimentos a 850°C por 600 s.

para 30 keV. Infelizmente, não realizamos implantações em mais altas energias, porém já foi mostrado em outros trabalhos que, para a fluência de 7×10^{15} He cm⁻², o grau de relaxação apresenta um máximo numa dada energia e diminui rapidamente para energias mais altas [64].

Nesse ponto é preciso ressaltar que não basta apenas produzir camadas de SiGe com altos valores de relaxação. As camadas relaxadas de SiGe também devem ter uma excelente qualidade cristalina, para assim minimizar a propagação de defeitos numa posterior camada de Si tensionado que venha a ser crescida sobre as camadas de SiGe. E, como será demonstrado por TEM, a microestrutura das amostras é bastante afetada pela energia e pela fluência das implantações de He.

Caracterização microestrutural por TEM

A técnica TEM em geometria planar (PV) permite estudar em mais detalhes a formação de defeitos estendidos como as discordâncias tipo *misfit* (MD) e tipo *threading* (TD). A figura 5.8(a) é uma imagem PV-TEM de campo escuro obtida com um feixe difratado (220) que mostra a densa rede de MDs (segmentos com contraste claro sobre o fundo escuro) formada na interface SiGe-Si da amostra implantada com 30 keV na fluência de $1,5 \times 10^{16}$ cm⁻² e recozida a 850°C por 600 segundos. A rede de MDs é muito similar para as demais amostras (não mostrado aqui). A partir do valor do grau de relaxação das camadas de SiGe e das relações da referência [65] determinamos que a distância média entre MDs é de 36 nm para a amostra 67% relaxada, valor razoável com a figura 5.8(a). Para efeitos de comparação, a distância média entre MDs diminui para 32 nm com o aumento da relaxação para 75%.

Determinar o número de TDs por unidade de área é um resultado extremamente importante, pois para a confecção de dispositivos são necessários substratos com densidade de TDs $\leq 10^7$ cm⁻². As TDs na camada de SiGe são visíveis na imagem PV-TEM da figura 5.8(b). Para obter uma boa estatística da densidade TDs várias imagens foram feitas em diferentes regiões da amostra. Os resultados, sumarizados na tabela 5.1, indicam que, ao contrário do grau de relaxação, a densidade de TDs diminui de uma ordem de grandeza com o aumento da energia de implantação de 20 para 30 keV, isto é, de uma densidade superior a 10^8 cm⁻² para $1,5 \times 10^7$ cm⁻². Um resultado mais

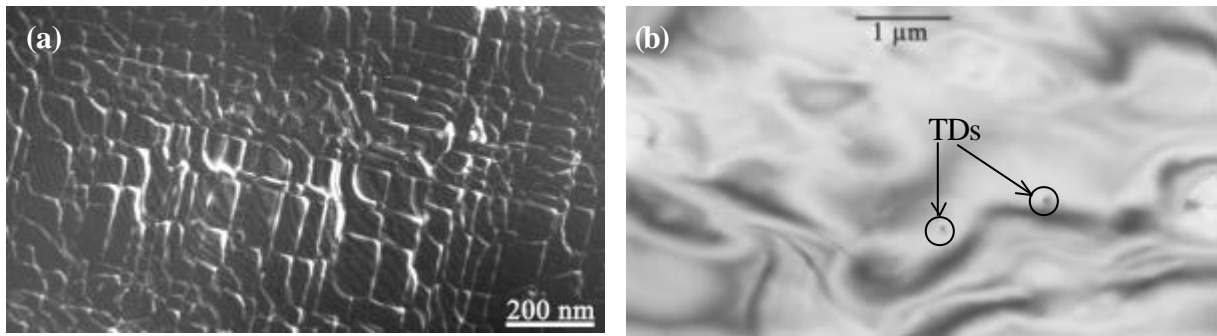


Fig. 5.8. Micrografias em geometria PV-TEM de heteroestruturas de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ implantadas e tratadas termicamente a 850°C por 600 s. (a) imagem de campo escuro mostrando a rede de MDs e (b) TDs na camada de SiGe.

interessante foi obtido para a amostra implantada com uma fluência mais baixa ($7 \times 10^{15} \text{ He cm}^{-2}$) onde foi determinada uma densidade de TDs de $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$. Essa é uma das mais baixas densidades de TDs já obtidas até o momento através deste método de produção de camadas relaxadas de SiGe.

Para entender melhor os comportamentos da relaxação e da densidade residual de discordâncias em função da energia e da fluência das implantações de He precisamos caracterizar melhor os mecanismos que precedem a relaxação das camadas de SiGe. Conforme foi discutido nos capítulos iniciais da tese, a relaxação das camadas de SiGe é desencadeada por anéis de discordância, emitidos por bolhas de He durante seu crescimento, que se movem através do substrato de Si na direção da interface com o SiGe. Portanto, estudar a nucleação e o crescimento das bolhas de He certamente irá nos auxiliar no entendimento do problema.

A figura 5.9. mostra imagens X-TEM de campo claro que caracterizam a heteroestrutura pseudomórfica de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ como crescida (Fig. 5.9(a)) e após a implantação com íons de He de 30 keV na fluência de $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ (Fig. 5.9(b)). Como os defeitos gerados pela implantação são defeitos pontuais, em TEM os mesmos apenas geram um contraste de difração (a imagem fica mais escura nesta região). Nenhuma estrutura mais complexa foi observada nas amostras como-implantadas em temperatura ambiente.

Entretanto, conforme pode ser visualizado na figura 5.9(c) uma alteração profunda ocorre na microestrutura da amostra implantada após recozimento a 400°C

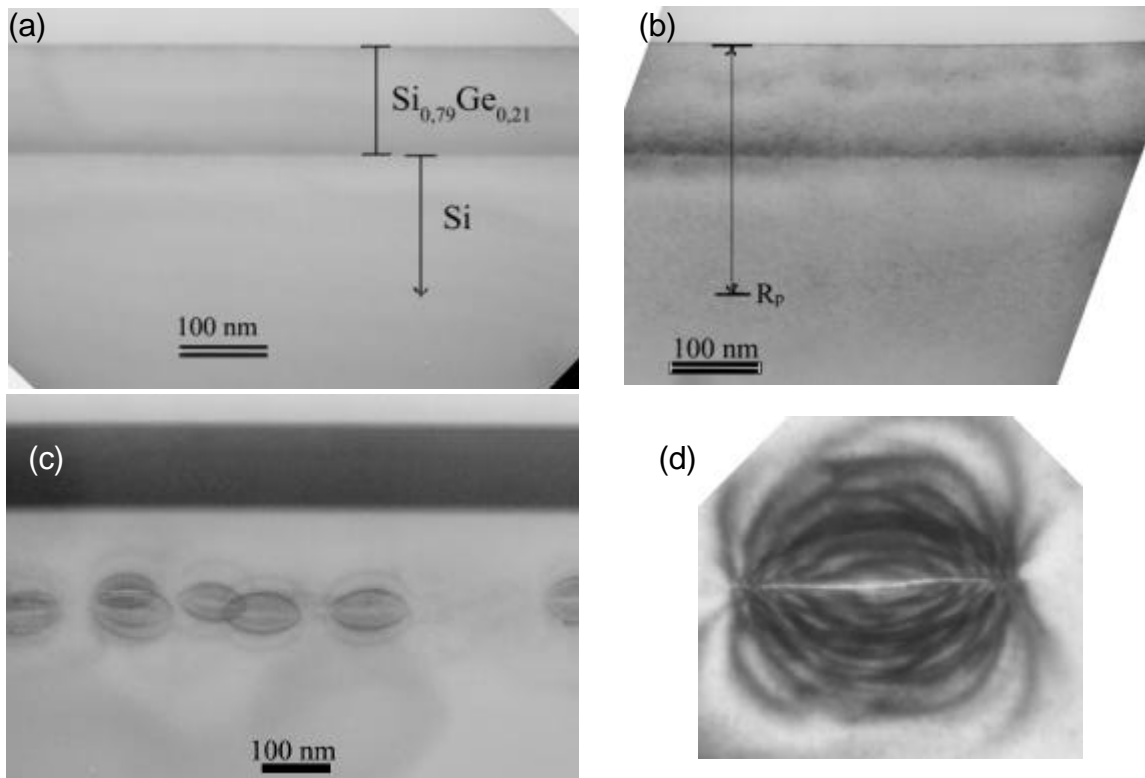


Fig. 5.9. Imagens X-TEM de campo claro de heteroestruturas de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ (a) como crescidas, (b) como implantadas com íons de He (30 keV, $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$), (c) e (d) após recozimento a 400°C por 600 s.

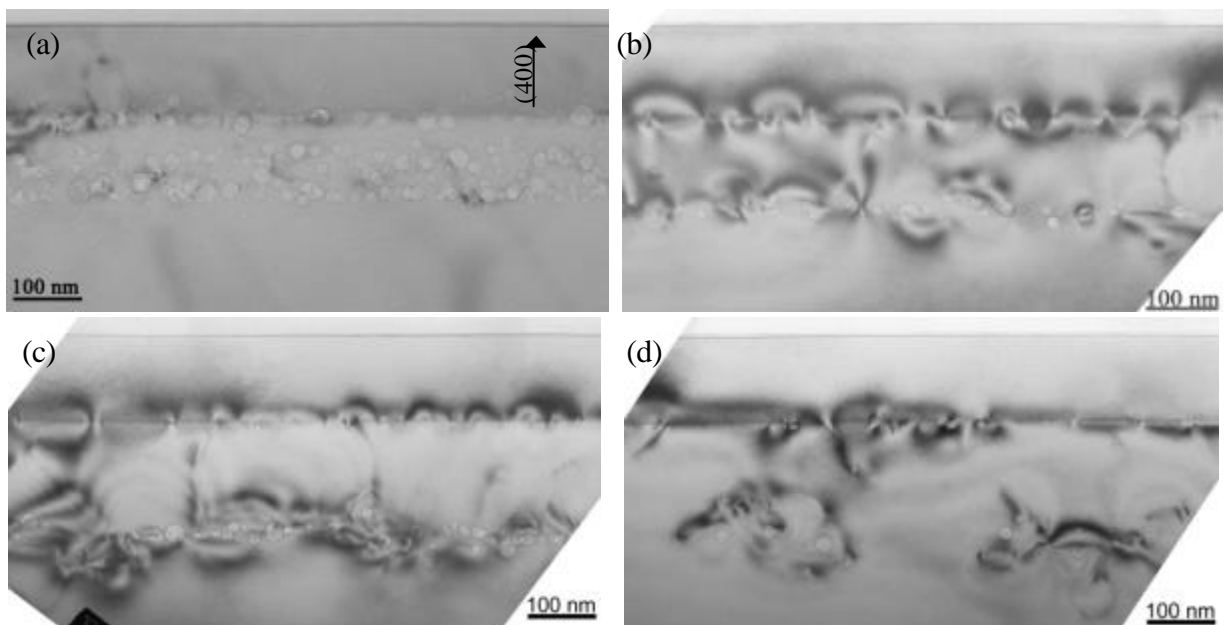


Fig. 5.10. Imagens X-TEM de campo claro de heteroestruturas de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ implantadas com íons de He e recozidas a 850°C por 600 s. Os parâmetros de implantação foram: (a) 20, (b) 25 e (c) 30 keV @ $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$; (d) 30 keV @ $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$.

por 600 s. Um sistema de estruturas planas preenchidas com He e apresentando forte contraste de tensionamento foi nucleado numa profundidade média de 150 ± 15 nm abaixo da interface. Uma estrutura típica está destacada na figura 5.9(d). Essas estruturas são planas, possuem a forma de um disco visto de perfil e estão orientadas preferencialmente ao longo dos planos (100) do Si, apresentando diâmetros e espessuras típicas da ordem de 100 e 3 nm, respectivamente. Devido a sua forma geométrica essas estruturas são comumente denominadas de bolhas planas de He. O forte contraste de difração na volta das bolhas é atribuído a uma deformação elástica nos planos cristalinos na vizinhança da bolha. A origem desta deformação elástica é atribuída a pressão exercida por átomos de He contidos no interior de bolhas planas.

Conforme já discutimos no capítulo 2, com o aumento da temperatura de recozimento, as bolhas planas evoluem formando um sistema de cavidades (bolhas) esféricas. A morfologia, o tamanho e a distribuição em profundidade das cavidades de He nas amostras implantadas e recozidas na temperatura de 850°C podem ser vistas nas imagens X-TEM de campo claro na condição de dois feixes (difração 400) mostradas na figura 5.10. No caso da implantação de menor energia (20 keV) as cavidades podem ser observadas numa ampla região, inclusive na interface e algumas até mesmo dentro da camada de SiGe. Para essa situação foi observada na camada de SiGe uma alta densidade de discordâncias. Anéis de discordância dentro da camada de SiGe também ocorrem (Fig. 5.10(a)) e sempre estão associados com cavidades de He. Para as amostras implantadas nas energias de 25 e 30 keV as cavidades são formadas em regiões bem definidas do substrato de Si, localizadas respectivamente a ≈ 130 e ≈ 160 nm abaixo da interface. Nessas imagens, o contraste escuro na interface indica a presença de discordâncias tipo *misfit* (MDs), que podem ser melhor visualizadas em geometria planar como na figura 5.8(a), e também no aumento do número de eventos de retroespalhamento nos espectros de RBS/C das figuras 5.5 e 5.6.

Uma distribuição espacial homogênea de cavidades esféricas pode ser observada em geometria PV-TEM, conforme está mostrado nas figura 5.11(a) e 5.11(b) para as implantações realizadas com energia de 30 keV nas fluências de $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ e $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, respectivamente. Conforme era esperado, a densidade de cavidades diminui significativamente com a diminuição da fluência de implantação.

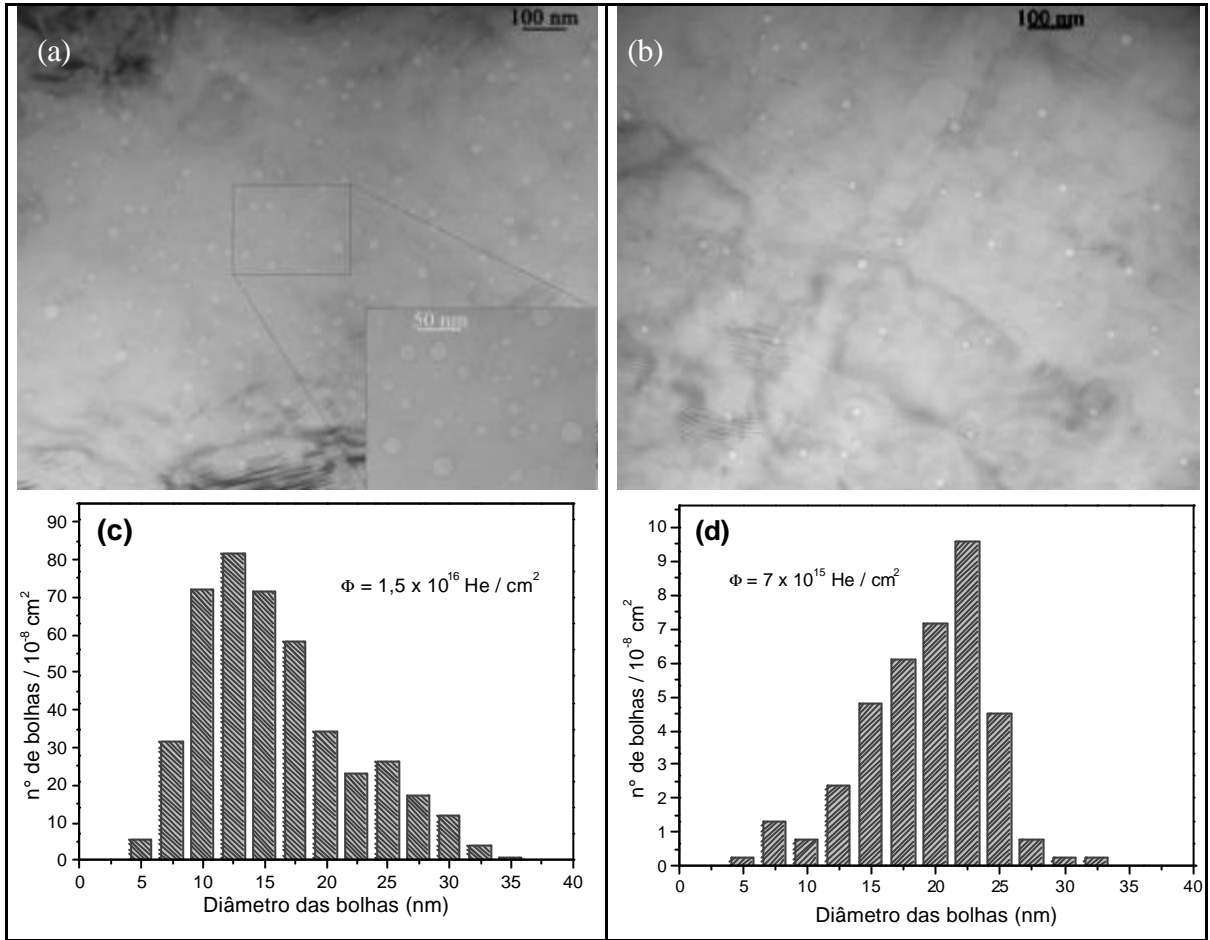


Fig. 5.11. Micrografias em geometria PV-TEM de estruturas de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ implantadas e recozidas a 850°C por 600 s. mostrando a distribuição de bolhas de He nas amostras implantadas com (a) $1,5 \times 10^{16}$ e (b) $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ @ 30 keV; (c) e (d) frequência de distribuição em tamanho por unidade de área das cavidades nas situações (a) e (b).

127 nm de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$		
Fluência de implantação:	$F = 1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$	$F = 7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$
Área analisada:	$1,43 \times 10^{-8} \text{ cm}^2$	$3,75 \times 10^{-8} \text{ cm}^2$
n° de bolhas analisadas:	627	144
Diâmetro médio das bolhas:	15,8 nm	19,3 nm
Desvio padrão:	6,1 nm	4,8 nm
Densidade de bolhas (projetada):	$4,4 \times 10^{10} / \text{cm}^2$	$3,8 \times 10^9 / \text{cm}^2$
Distância média entre bolhas (projetada):	50 nm	160 nm
Volume ocupado pelas bolhas:	$1,35 \times 10^{14} \text{ nm}^3 / \text{cm}^2$	$1,7 \times 10^{13} \text{ nm}^3 / \text{cm}^2$

Tabela 5.2. Características estruturais do sistema de bolhas de He formado em amostras de SiGe/Si implantadas com íons de He^+ de 30 keV de energia e recozidas num forno RTA a $850^\circ\text{C} / 600$ s.

As amostras implantadas com a mesma fluência nas energias de 25 e 30 keV apresentaram resultados semelhantes em relação à distribuição espacial e em tamanho do sistema de bolhas (não mostrado aqui).

Para determinarmos quantitativamente as características estruturais do sistema de bolhas formado nas amostras de SiGe/Si analisamos diversas imagens de PV-TEM similares as das figuras 5.11(a) e 5.11(b). A análise das imagens consistiu na medição do diâmetro de todas as cavidades esféricas presentes em uma área suficientemente grande de forma a representar a amostra. Os resultados dessa análise estão apresentados na tabela 5.2. A distribuição em tamanho das bolhas está representada nos histogramas das figura 5.11(c) e 5.11(d), que expressam o número de bolhas com um diâmetro entre $d \pm \Delta d$ presentes em uma área de 10^{-8} cm^2 ($1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$) em função do diâmetro das bolhas para as fluências de implantação de $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ e $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. A diferença de intensidade nos eixos verticais dos histogramas ocorre pelo fato da densidade de bolhas por unidade de área (número de bolhas analisadas/área analisada) ser bem maior no caso da mais alta fluência. Os resultados mostram que para a fluência de $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ o tamanho médio das bolhas é de 19,3 nm, ao passo que esse valor diminui para 15,8 nm quando se aumenta a fluência para $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$.

O conhecimento do número e do diâmetro de todas bolhas contidas numa dada área permite determinar diversos parâmetros referentes ao sistema de bolhas formado, como: a distância média entre duas bolhas próximas projetadas no plano da imagem, que foi determinada a partir da razão (área analisada / n° de bolhas)^{1/2}; e o volume ocupado pelas bolhas, que foi obtido através da soma dos volumes individuais de cada uma das bolhas tratadas como esferas. Esses parâmetros são importantes em função do modelo de relaxação proposto por Trinkaus [24]. Uma discussão detalhada desses resultados será feita ainda neste capítulo.

5.1.3 – Efeito da espessura das camadas de SiGe

Conforme pode ser observado da sistemática anterior, o grau de relaxação da estrutura das camadas de SiGe varia em função da profundidade (ou energia) das implantações. Através da variação da energia das implantações foi possível otimizar a

relação entre a relaxação estrutural e o número de discordâncias na camada de SiGe. Portanto, é de se esperar que a energia ótima para a implantação seja afetada pela espessura da camada de SiGe. Para investigar essa possível dependência, realizamos implantações de He em heteroestruturas de SiGe/Si com espessuras entre 73 e 425 nm e concentração de Ge na faixa de 19 a 29 at.%. Os parâmetros das implantações de He e o grau de relaxação medido por RBS/C nas amostras de SiGe após tratamento térmico a 850°C por 600s estão sumarizados na tabela 5.3.

Medidas de relaxação revelam que, ao contrário de todas as demais amostras, aquelas com camadas de SiGe de 425 nm de espessura já estavam 5% relaxadas após seu crescimento, ou seja, com espessura acima do valor crítico para crescimento pseudomórfico. Essas amostras apresentaram valores de relaxação extremamente altos,

Espessura da camada de SiGe (nm)	Conc. de Ge (%)	Energia de implant. (keV)	Fluência de implant. (at/cm ²)	Temperatura de TT (C°) / tempo (s)	Prof. de implant. da interface (nm)	Grau de relaxação (%)
425	21	-	-	-	-	5
425	21	-	-	850 / 600	-	≈ 50
425	21	81	4x10 ¹⁵	850 / 600	~ 200	85
425	21	81	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 200	91
210	22	37	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 150	67
210	22	43	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 200	70
210	22	50	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 250	60
210	22	30	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 100	77
210	22	37	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 150	79
210	22	43	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 200	51
170	19	-	-	850 / 600	-	5
170	19	37	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 200	71
170	19	45	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 250	50
170	19	37	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 200	69
170	19	45	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 250	42
127	21	25	7x10 ¹⁵	850 / 600	~150	65
127	21	30	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 200	70
127	21	20	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 100	81
127	21	25	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 150	75
127	21	30	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 200	67
73	19	13	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 90	50
73	19	18	7x10 ¹⁵	850 / 600	~ 140	51
73	19	13	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 90	55
73	19	18	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 140	50
140	29	22	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 100	52
140	29	33	1,5x10 ¹⁶	850 / 600	~ 150	68

Tabela 5.3. Sumário dos experimentos de relaxação realizados em amostras de SiGe/Si(100).

mesmo para fluências de implantação tão baixas como $4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. Contudo, a densidade residual de discordâncias na camada de SiGe é muito elevada para qualquer implantação realizada nessas amostras (não mostrado aqui). Amostras não implantadas quando submetidas a tratamento térmico a 850°C apresentam valores de relaxação da ordem de 50%, resultado típico para camadas cuja espessura excede o valor da espessura crítica. Apesar dos altos valores de relaxação, a baixa qualidade cristalina inviabiliza o uso deste tipo de camada de SiGe.

Para heteroestruturas com 210 nm de espessura, cavidades de He foram observadas na interface SiGe-Si somente no caso da implantação de 30 keV (as figuras de TEM podem ser encontradas na referência [64]). Para todas as demais energias de implantação as cavidades foram observadas em camadas bem definidas no substrato de Si. De uma forma geral, os valores de relaxação desse conjunto de amostras são maiores comparados com os de amostras com camadas de SiGe de 127 nm de espessura. Também foi verificado que, para diferentes fluências de implantação, o máximo grau de relaxação estrutural ocorre em diferentes energias (veja tabela 5.2). Enquanto para a fluência de $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ a relaxação máxima (79%) ocorreu com a energia de 37 keV, para $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ o máximo grau de relaxação (70%) ocorreu para a energia de 43 keV. A densidade residual de TDs ainda não foi determinada para essas amostras, contudo outras sistemáticas indicam que a mesma é inferior a 10^7 cm^{-2} para o caso de fluências de implantação de $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ [64].

Para heteroestruturas com 73 nm de espessura os valores de relaxação alcançados estão em torno de 50%. A figura 5.12 mostra micrografias X-TEM de uma amostra implantada na energia de 13 keV e fluência de $7 \times 10^{15} \text{ He/cm}^2$ após recozimento térmico a 850°C por 600s. Apesar de que um grande número de anéis de discordância ser observado próximo da interface SiGe-Si, o grau de relaxação alcançado não foi muito elevado para esse conjunto de amostras.

Os resultados desses e de outros experimentos [64] estão resumidos no gráfico da figura 5.13, que exprime o grau de relaxação em função da espessura da camada de SiGe/Si(100) para concentrações de Ge entre 19 e 29 at. %. Os valores representados na figura foram escolhidos de forma a minimizar a densidade de TDs. Pode-se observar claramente que o grau de relaxação aumenta com o aumento da espessura da

camada de SiGe. Conforme será discutido na seção 5.2, dois efeitos distintos podem estar associados com essa dependência: a retenção do He implantado e a energia elástica acumulada na camada tensionada de SiGe.

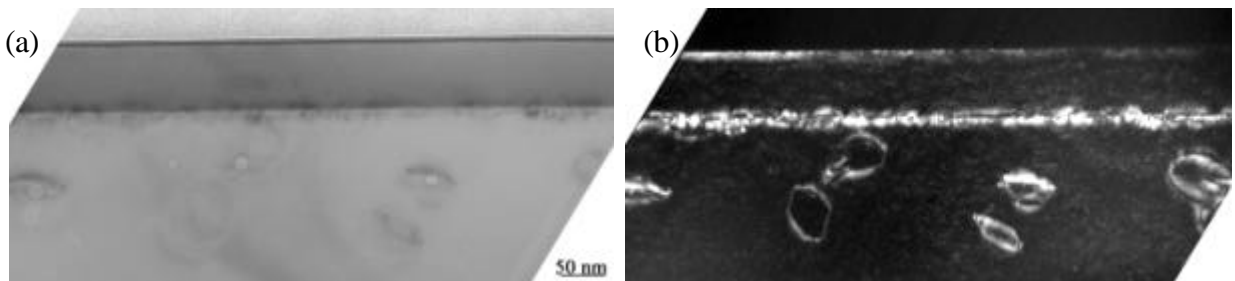


Fig. 5.12. (a) Micrografias de campo claro (a) e campo escuro (b) mostrando o sistema de cavidades e anéis de discordância próximos das cavidades. Heteroestrutura com 73 nm de $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}/\text{Si}(100)$ implantada com $7 \times 10^{15} \text{ He/cm}^2$ na energia de 13 keV e recozidas a 850°C por 600s.

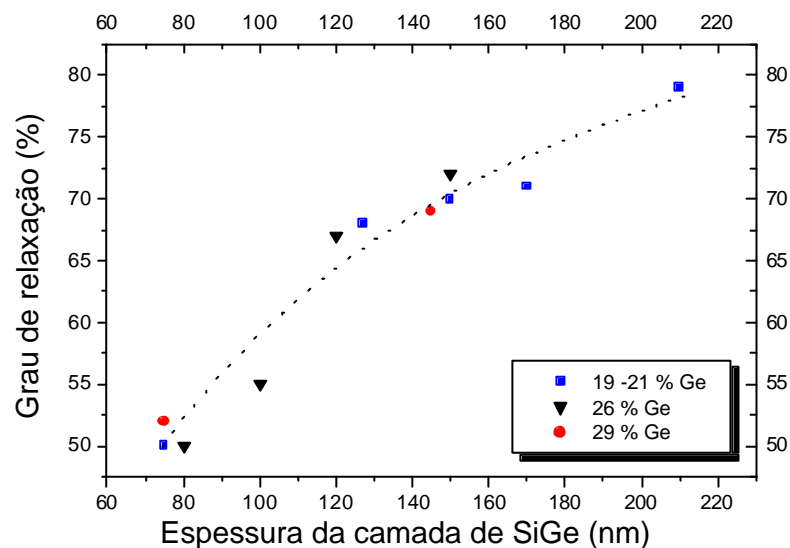


Fig. 5.13. Grau de relaxação de camadas de SiGe em função da espessura das camadas. As medidas de relaxação foram realizadas após a implantação de He e recozimento a 850°C por 600 segundos.

5.1.4 – Medidas de rugosidade da superfície

A morfologia da superfície das camadas relaxadas de SiGe é essencial para o posterior crescimento de Si tensionado. A rugosidade da camada tensionada de Si vai afetar crucialmente as suas propriedades de transporte eletrônico. A figura 5.14 mostra uma imagem de microscopia de força atômica da superfície de uma camada de

$\text{Si}_{0,81}\text{Ge}_{0,19}$ com 170 nm de espessura e 70% relaxada. Essa amostra foi implantada com He^+ de 37 keV na fluência de $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ e recozida a 850°C por 600 segundos. Para a área total da figura, de $15 \times 15 \mu\text{m}^2$, foi medida uma rugosidade rms* de 0,6 nm, enquanto que para a região menor, definida pelo quadrado inserido de $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ de área, determinamos um valor rms de 0,4 nm para a rugosidade. Para efeitos de comparação, a rugosidade rms típica de amostras como crescidas é de 0,3 nm.

A baixa rugosidade da superfície das amostras relaxadas de SiGe é uma importante vantagem do método de relaxação por implantação iônica de He e tratamento térmico. Amostras com essas características permitem o crescimento posterior de Si sem a necessidade de polimentos mecânicos e/ou químicos.

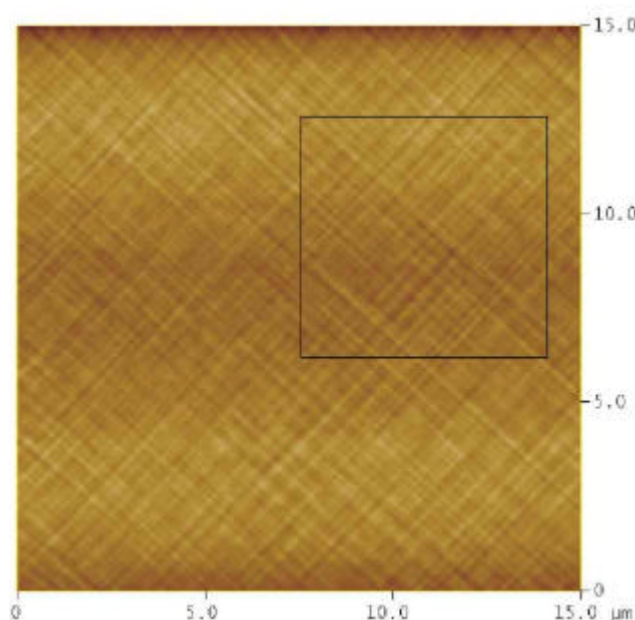


Fig. 5.14. Imagem de microscopia de força atômica da superfície de uma camada de $\text{Si}_{0,81}\text{Ge}_{0,19}$ com 170 nm de espessura e 70% relaxada. A imagem apresenta uma rugosidade rms de 0,6 nm.

5.1.5 –Uniformidade em bolachas de SiGe/Si

Quando o processo de relaxação estrutural de camadas tensionadas de SiGe via implantação de H ou He começou a ser investigado no Centro de pesquisas em Jülich, as camadas de SiGe eram crescidas por MBE sobre bolachas (*wafers*) de Si(100) com 10 cm de diâmetro pela Daimler-Chrysler (Ulm - Alemanha) [23-26]. A partir do ano

* rms = valor médio quadrático, do inglês “root mean square”.

de 2002, logo após o início desta tese, as heteroestruturas pseudomórficas de SiGe passaram a ser crescidas pelo Instituto IMEC (Leuven - Bélgica) através da técnica de CVD usando bolachas de Si(100) com 15 cm de diâmetro. O diâmetro das bolachas atuais está em 20 cm, e a tendência é aumentar para 30 cm ainda neste ano. As opções de trocar a técnica de crescimento dos filmes de SiGe de MBE para CVD e aumentar o tamanho dos substratos foram realizadas para tornar todo o processo compatível com as linhas de produção usadas pela indústria de dispositivos microeletrônicos.

Contudo, com o aumento do tamanho das bolachas de Si surgiram dificuldades para manter a uniformidade das camadas de SiGe na região mais externa da bolacha. Um substrato com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}$ medindo 15 cm de diâmetro foi implantado com He e recozido a 850°C por 600 segundos num forno RTP. Medidas de relaxação estrutural do SiGe foram realizadas no centro e em quatro pontos (norte, sul leste e oeste) distantes 1,5 cm da borda do substrato. O grau de relaxação da camada de SiGe foi de 75% na região central do substrato. Contudo, nos pontos próximos das bordas, encontrou-se valores de relaxação superiores a 90%. Esse aumento na relaxação ocorre pelo fato da camada de SiGe perder a uniformidade, tanto em espessura como em concentração de Ge, nas proximidades das bordas dos substratos durante a deposição das camadas. Discordâncias também são formadas durante a deposição na região próxima das bordas, de forma que a camada de SiGe não seja totalmente pseudomórfica nessa região mais externa dos substratos grandes.

Portanto, para garantir a reprodutibilidade dos experimentos deve-se evitar a parte mais externa dos substratos. A área lateral que deve ser evitada varia de substrato para substrato e depende fortemente do crescimento epitaxial. Em geral, a parte mais externa do substrato (dois centímetros da borda) não é utilizada. Experimentos nessas amostras podem gerar resultados não representativos como, por exemplo, os altos valores de relaxação e baixa densidade de discordâncias que reportamos na referência [66] e que não puderam ser reproduzidos em experimentos posteriores.

5.1.6 –Efeito da temperatura de implantação

Conforme já discutimos no capítulo dois, a temperatura da amostra durante as implantações afeta os mecanismos dinâmicos de recombinação de defeitos. Além

disso, mostramos no capítulo anterior, que a evolução térmica da microestrutura dessas amostras também é dependente da temperatura de implantação. Com o objetivo de estudar os efeitos diretos da temperatura de implantação sobre o processo de relaxação estrutural de camadas de SiGe realizamos implantações de He em condições de baixa temperatura ($T_i = -196^\circ\text{C}$) e alta temperatura ($150^\circ\text{C} \leq T_i \leq 350^\circ\text{C}$) de implantação. As implantações a baixa temperatura permitem diminuir o efeito de recombinação de defeitos pontuais (átomos intersticiais e vacâncias) produzidos pelos íons, possibilitando assim um acúmulo de danos em níveis bastante superiores aos obtidos em temperatura ambiente. Os resultados desses estudos são apresentados a seguir.

i) $T_i = -196^\circ\text{C}$

As implantações de He na temperatura de -196°C foram realizadas em amostras com 127nm de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}$ sobre Si(100) na fluência de $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ no intervalo de energias entre 40 a 80 keV. Durante a implantação as amostras foram mantidas em contato térmico com um recipiente contendo N_2 líquido. A temperatura foi monitorada através de um termopar localizado próximo da amostra. Após a implantação de He as amostras foram recozidas nas temperaturas de 400°C e 850°C por 45 minutos em baixa pressão num tubo de quartzo. As amostras como-implantadas e recozidas foram analisadas por RBS em direção canalizada. Algumas amostras selecionadas foram analisadas por TEM em geometria transversal.

Na figura 5.15(a) apresentamos o espectro de RBS adquirido numa direção aleatória e também os espectros adquiridos na direção canalizada $\langle 100 \rangle$ de amostras como-implantadas nas energias de 40 e 70 keV. Numa aproximação inicial, os danos acumulados durante a implantação podem ser estimados através da comparação do número de contagens dos espectros canalizados em relação às contagens do espectro aleatório, que serve como padrão de referência com 100% de danos. A figura 5.15(a) mostra que os danos produzidos pela implantação aumentam a partir da superfície das amostras e atingem um nível de 100% numa camada enterrada. Com o aumento da energia de implantação, de 40 para 70 keV, a camada enterrada é deslocada para dentro do substrato de Si, ocorrendo também uma pequena redução no nível de danos na camada superficial de SiGe. Entretanto, uma quantidade muita elevada de danos é

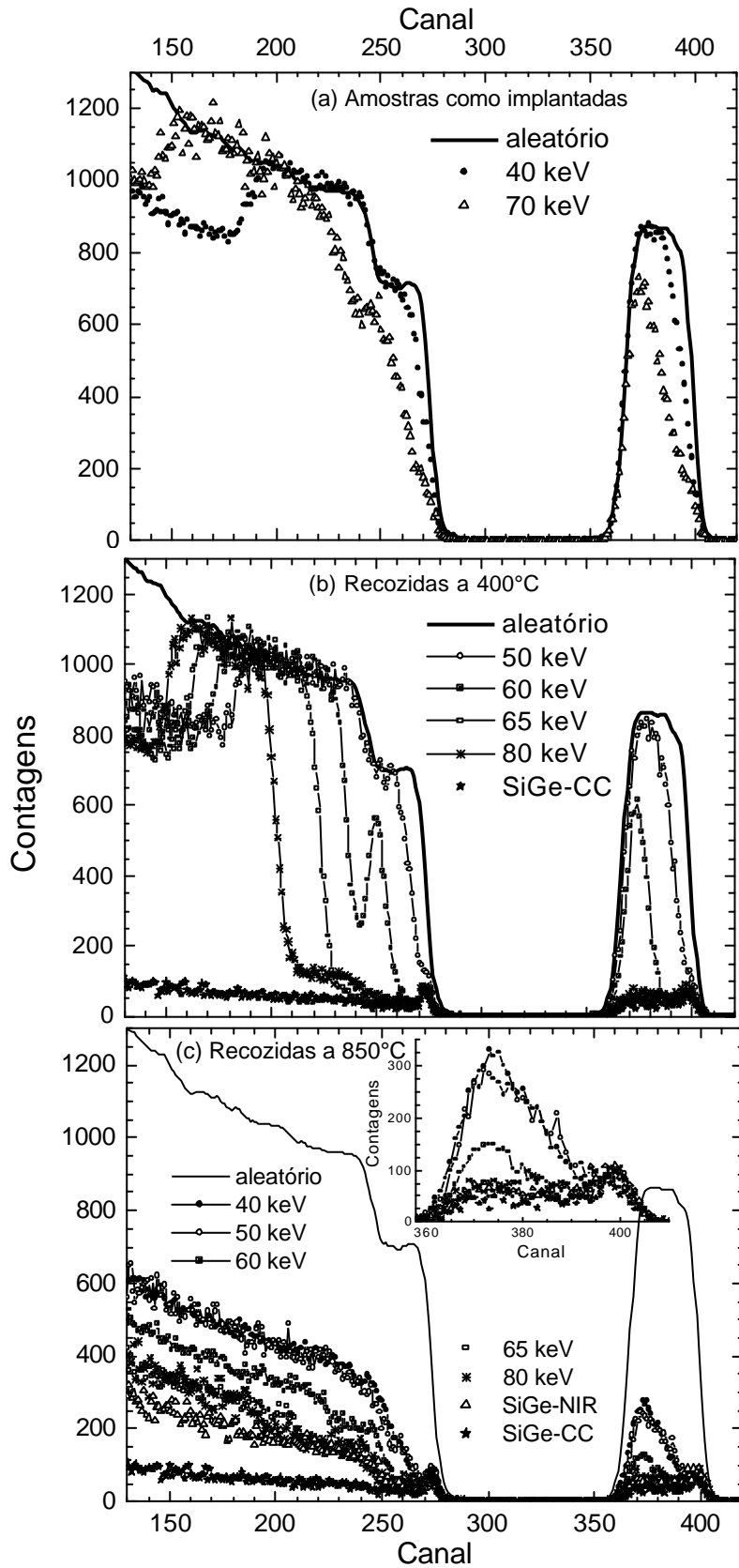


Fig. 5.15. Espectros RBS em direção aleatória e canalizada [100] de amostras de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}$ como-implantadas com $1 \times 10^{16} \text{ He cm}^{-2}$ na temperatura de -196°C (a), implantadas e recozidas a 400°C (b) e 850°C (c) por 45 minutos.

acumulada na interface SiGe/Si para todas as energias de implantação. Os espectros das amostras implantadas com as demais energias seguem as tendências dos casos 40 e 70 keV e não são mostrados para evitar a superposição de pontos nas curvas.

Na figura 5.15(b) apresentamos os espectros de RBS/C das amostras implantadas e recozidas a 400°C por 45 minutos. Para efeitos de comparação mostramos também o espectro da amostra como crescida (SiGe-CC). Em relação ao caso como-implantado pode-se observar que ocorre uma dissolução parcial dos danos de implantação próximos da superfície, situação que é mais visível para o caso das implantações realizadas com as energias mais elevadas. As bordas da camada amorfa nos espectros das amostras recozidas a 400°C são mais abruptas que os espectros das amostras como implantadas, indicativo de que as camadas amorfas enterradas possuem interfaces bem definidas. Para as energias de implantação de 40 e 50 keV a camada amorfa enterrada inicia no interior do filme de SiGe e se estende para dentro do substrato de Si (veja a curva 50 keV na Fig. 5.15(b)). Nas amostras implantadas com energias maiores que 60 keV as camadas amorfas estão inteiramente localizadas dentro do substrato de Si. Entretanto, para a energia de 60 keV observa-se a formação de um intenso pico de danos na região do espectro que corresponde a interface do filme de SiGe com o substrato de Si (canais 250 no sinal do Si e 370 no sinal do Ge).

Após o recozimento das amostras na temperatura de 850°C por 45 minutos ocorre uma recristalização quase que total dos danos de implantação, conforme está ilustrado nos espectros da figura 5.15(c). Próximo da superfície da camada de SiGe os espectros das amostras implantadas com energias ≥ 65 keV são similares a aquele obtido de uma amostra como-crescida (curva SiGe-CC). Contudo, nas proximidades da interface e no substrato de Si ocorre um aumento no número de contagens e os espectros seguem a tendência do caso de uma amostra não implantada mas recozida nas mesmas condições (curva SiGe-NIR).

Os principais resultados da figura 5.15 estão sintetizados na figura 5.16 onde representamos a fração de íons descanalizados ($\chi_{<100>} = Y_{\text{canalizado}}/Y_{\text{aleatório}}$, onde $Y = n^\circ$ de contagens) na região da interface SiGe/Si do sinal do Ge em função da energia de implantação para amostras como implantadas e amostras implantadas e recozidas. Os valores de $\chi_{<100>}$ foram calculados considerando um valor médio sobre 10 canais na

região da interface e, portanto, representam o valor médio dos defeitos na interface.

As imagens de TEM da figura 5.17 mostram a microestrutura em termos de discordâncias e cavidades das amostras implantadas com energia de 50 e 60 keV e recozidas a 850°C. No caso 50 keV a camada de SiGe está repleta de discordâncias e bolhas (Fig. 5.17(a)), o que explica os altos valores de $\chi_{<100>}$ da figura 5.16. Uma situação bem melhor foi observada na amostra implantada na energia de 60 keV, conforme ilustrado na figura 5.17(b). Porém, o número de discordâncias na camada de SiGe, estimado em 10^8 cm^{-2} , ainda é muito elevado.

Poucos aspectos de interesse foram encontrados por TEM nas amostras implantadas com energias $\geq 65 \text{ keV}$ e recozidas a 850°C (não mostrado aqui). Apesar de não termos realizado medidas de relaxação, valores de $\chi_{<100>}$ idênticos ao de uma amostra apenas recozida indicam baixos valores de relaxação para essas amostras.

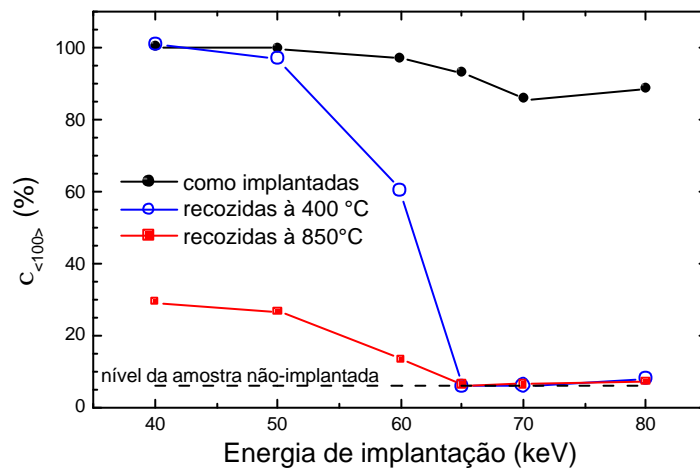


Fig. 5.16. Fração de íons descanalizados na região da interface SiGe/Si do sinal do Ge em função da energia de implantação para amostras como implantadas e amostras implantadas e recozidas.

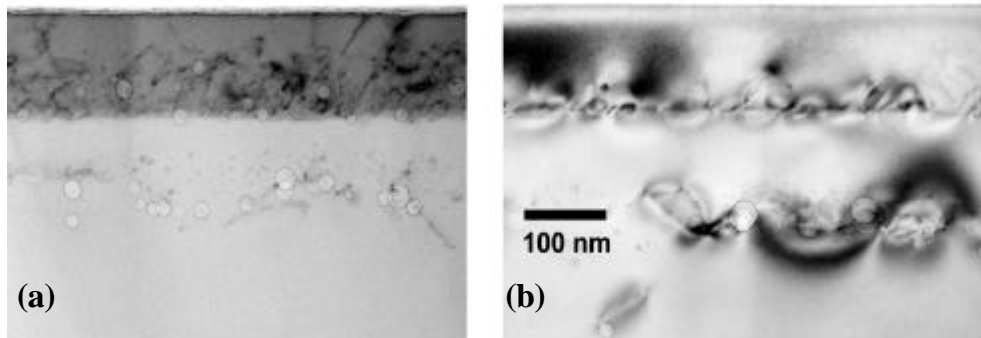


Fig. 5.17. Imagens X-TEM de amostras de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}$ implantadas na energia de 50 keV (a) e 60 keV (b) após recozimento na temperatura de 850°C durante 45 minutos.

ii) 150°C e Ti e 350°C

Implantações foram realizadas em heteroestruturas pseudomórficas com 127nm de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}(100)$ mantidas em temperaturas de 150, 250 e 350°C. Para efeitos de comparação entre resultados de implantações realizadas em temperatura ambiente (secção 5.1.2), as implantações foram realizadas na energia de 30 keV e fluência de $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. Após implantação, as amostras foram cortadas e parte delas foi submetida a recozimento térmico a 400 e 850°C por 10 minutos. As amostras foram então analisadas por RBS/C e TEM em secção transversal.

Os espectros de RBS das amostras produzidas estão apresentados na figura 5.18. Ao contrário das implantações realizadas na temperatura de N_2 líquido (Fig. 5.15), os espectros de RBS/C das amostras como-implantadas (Fig. 5.18(a)) indicam que a camada de SiGe é pouco danificada nas implantações realizadas em altas temperaturas. Contudo, um nível de danos relativamente alto pode ser observado na região onde os átomos de He ficam implantados.

Após recozimento a 400°C (Fig. 5.18(b)), apenas no caso $\text{Ti} = 150^\circ\text{C}$ ocorreram modificações significativas. Nesse caso pode-se observar um aumento no número de contagens em todo o espectro de RBS/C. Em comparação, os danos de implantação na camada de SiGe na amostra implantada em temperatura ambiente são totalmente dissolvidos durante o recozimento na temperatura de 400°C, havendo apenas um aumento nas contagens na região do substrato de Si onde os átomos de He ficam implantados.

Na figura 5.18(c) apresentamos os espectros de RBS/C das amostras recozidas na temperatura de 850°C. Os espectros de amostras implantadas em altas temperaturas são muito similares. Se compararmos os espectros na região da interface SiGe/Si (canal 210) podemos inferir que a densidade de discordâncias de *misfit* na interface é menor nessas amostras frente a uma amostra que foi implantada em temperatura ambiente, onde determinamos um grau de relaxação de 67%.

Para entender os resultados de RBS/C, amostras tipo secção transversal foram analisadas por TEM. A evolução da microestrutura em função da temperatura de recozimento de amostras implantadas nas temperaturas de 150 e 350°C pode ser acompanhada na seqüência de micrografias inseridas na figura 5.19. Bolhas de He em

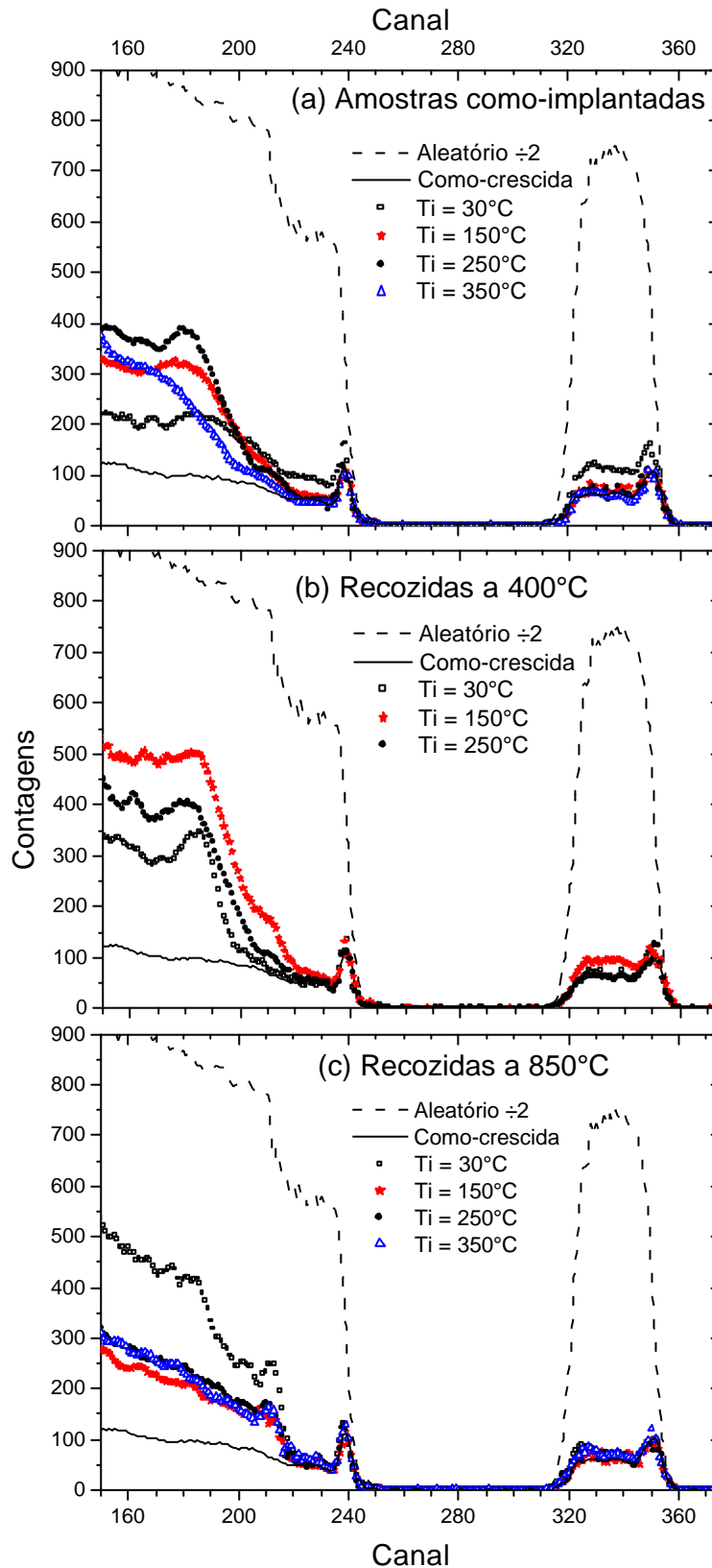


Fig. 5.18. Espectros RBS aleatório e canalizado na direção [100] de amostras com 127 nm de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}$ como implantadas com $7 \times 10^{15} \text{ He cm}^{-2}$ de 30 keV (a), implantadas e recozidas a 400°C (b) e 850°C (c) por 10 minutos. Para melhorar a visualização, algumas regiões dos espectros foram suavizadas através de algoritmos numéricos.

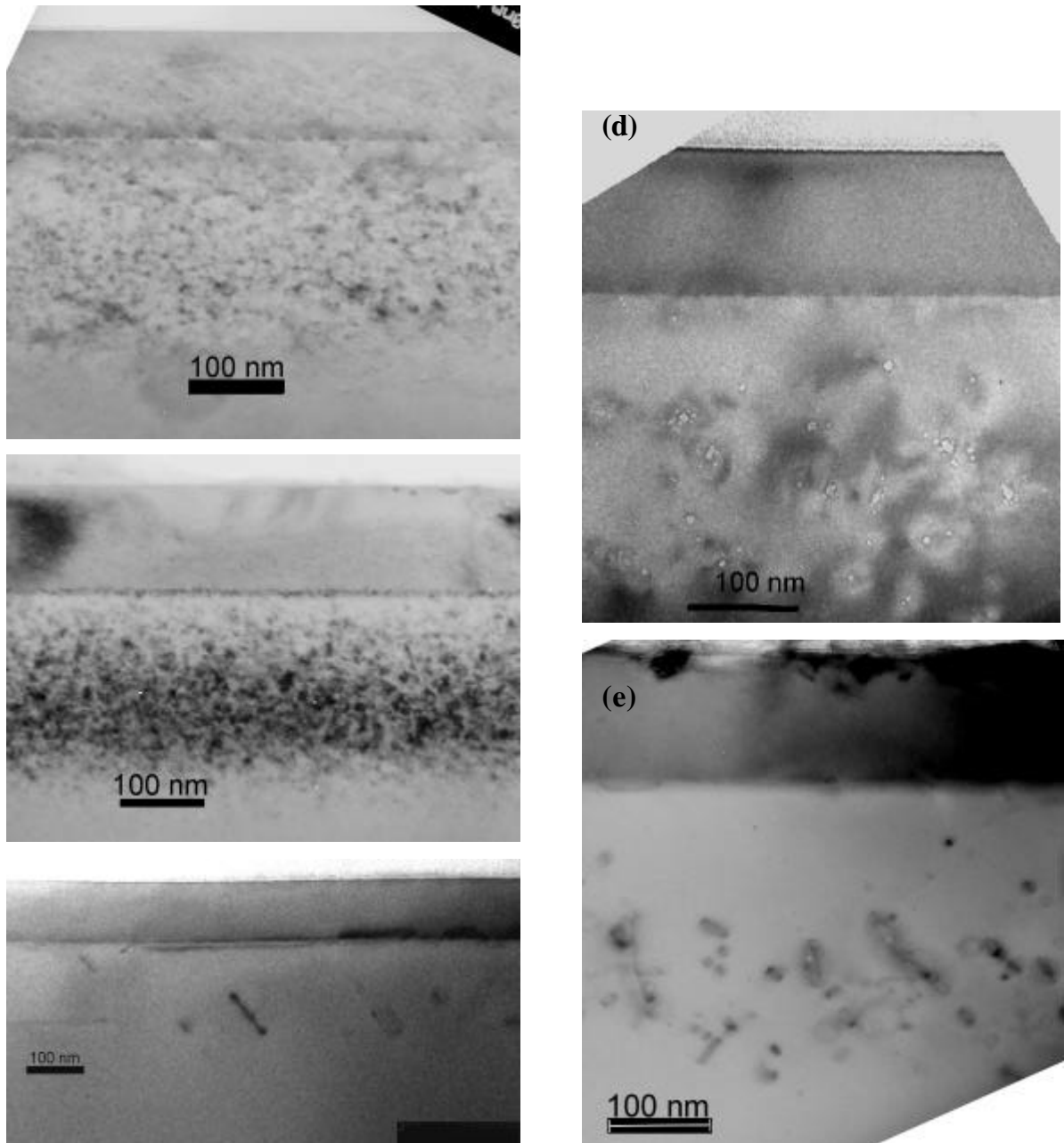


Fig. 5.19. Imagens X-TEM de amostras de $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}/\text{Si}$ implantadas com $7 \times 10^{15} \text{ He cm}^{-2}$ de 30 keV. (a) Amostra como implantada $T_i = 150^\circ\text{C}$, (b) recozida a 400°C e (c) 850°C por 10 minutos. (d) Amostra como implantada em $T_i = 350^\circ\text{C}$ e (e) após recozimento a 850°C .

amostras como-implantadas foram observadas por TEM apenas nos casos $T_i = 250^\circ\text{C}$ e 350°C (Fig. 5.19(d)). Na amostra implantada a 350°C e recozida a 850°C o tamanho médio das bolhas de He é de $\approx 7 \text{ nm}$. Para efeitos de comparação, na amostra implantada em temperatura ambiente e recozida a 850°C as bolhas apresentam diâmetro médio de $\approx 20 \text{ nm}$ (Fig. 5.10(d) e 5.11(b)).

No caso $T_i = 150^\circ\text{C}$, não foram observadas bolhas em nenhuma das amostras

produzidas (Fig. 5.19(a) - (c)). Contudo, uma implantação de He em Si nessa mesma temperatura, mas na fluência de $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, havia resultado num denso sistema de pequenas bolhas (Fig. 4.7(a)), cujo tamanho médio não se alterava no intervalo de temperaturas de recozimento até 600°C , mas eram totalmente dissolvidas para temperaturas acima de 700°C (Fig. 4.8).

Esses resultados serão discutidos, na próxima seção, utilizando os resultados do estudo dos efeitos da temperatura de implantação sobre a evolução da microestrutura de alvos de Si durante recozimentos térmicos [36].

5.2 – Discussão

Nesta seção vamos discutir os resultados obtidos para as heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si implantadas com He e tratadas termicamente. De forma análoga ao capítulo anterior, os resultados serão discutidos em função dos parâmetros experimentais.

Temperatura de recozimento térmico

Os resultados experimentais da figura 5.3 mostram que a relaxação estrutural das amostras de SiGe/Si implantadas com He começa a ocorrer somente após tratamentos térmicos em temperaturas acima de 600°C . Apesar do grau de relaxação ser muito baixo para temperaturas de recozimento inferiores, é na faixa de temperaturas $T < 600^\circ\text{C}$ que ocorrem intensas modificações na microestrutura da região do substrato onde os átomos de He ficam implantados [31, 32]. Mesmo que 60% do número de átomos de He implantados já tenham permeado para fora das amostras após recozimento na temperatura de 300°C , nenhum tipo de defeito estrutural pode ser observado por TEM nessas amostras. Contudo, após recozimento na temperatura de 400°C , precipitados de He na forma de bolhas planas foram observados por TEM, conforme foi mostrado na figura 5.9(c).

De fato, um estudo mais detalhado mostrou que, em Si puro, essas bolhas planas com alta pressão interna de gás de He já se formam na temperatura de 350°C [31, 38]. Nessa temperatura cerca de 70% do He implantado já não se encontra mais

dentro da amostra, mas os fortes campos de tensão elástica em volta das bolhas planas que se formaram foram associados com uma alta pressão interna de gás de He. Após tratamento térmico a 400°C, alguns (poucos) anéis de discordância podem ser encontrados anexados a bolhas planas [32]. Esses fatos podem ser interpretados em função do processo de nucleação das bolhas. Durante os momentos iniciais do tratamento térmico, os complexos He_nV_m começam a se movimentar, proporcionando a nucleação das bolhas planas. Contudo, a energia de nucleação é razoavelmente alta e apenas uma baixa densidade dessas bolhas se forma. Assim, embora a maior parte do He termine evaporando pela superfície devido a dissolução dos complexos He_nV_m , os poucos átomos de He que restam encontram-se nas bolhas superpressurizadas, que, durante tratamentos térmicos em temperaturas mais elevadas, terminam relaxando através da emissão de átomos de Si. Para minimizar sua energia, esse excesso de átomos de Si forma defeitos estendidos, como anéis de discordância, em volta das bolhas de He. Portanto, as bolhas planas de He atuam como fontes internas para a nucleação de anéis de discordância no substrato de Si, logo abaixo da interface com a camada de SiGe.

Apesar de anéis de discordância já terem nucleado, a camada tensionada de SiGe somente começa a relaxar durante recozimentos em temperaturas superiores a 600°C. De fato, conforme mostrado recentemente por Hueging *et al.* [32] através de experimentos de TEM com recozimento térmico *in situ*, é nessa faixa de temperaturas que os processos relacionados com a geração e o movimento de discordâncias começam a se tornar eficientes no substrato de Si. Nesse trabalho também ficou comprovado que os anéis de discordância nucleiam na região em torno das bolhas planas e crescem em tamanho alargando-se numa direção paralela à interface do substrato de Si com a camada de SiGe. O que o presente trabalho está mostrando é que existe uma relação entre a fração de He retida, que produz deformações elásticas e plásticas na matriz de Si, e a temperatura em que ocorre o movimento de discordâncias.

Discordâncias se movem com uma velocidade que depende linearmente do excesso de tensão, ϵ_{ex} , e exponencialmente com a temperatura de tratamento térmico, isto é:

$$v \propto \epsilon_{ex} \cdot \exp(E_v / kT),$$

onde E_v é a energia de ativação para o movimento (*glide*) de discordâncias [67]. Como conseqüência, a relaxação estrutural irá aumentar com a temperatura de recozimento térmico, fato que corrobora nossas observações experimentais.

Portanto, a relaxação ocorre em duas etapas básicas: a primeira está relacionada com a emissão de anéis de discordância pelas bolhas de He, e começa a ocorrer durante recozimentos em temperaturas $\geq 400^\circ\text{C}$ (figura 5.20(a)); a segunda etapa é disparada apenas em temperaturas $\geq 600^\circ\text{C}$, quando os anéis de discordância se tornam móveis. Segundo o modelo proposto por Trinkaus [24], o movimento de anéis de discordância se dá preferencialmente na direção da camada de SiGe devido ao excesso de tensão entre a camada de SiGe e o substrato de Si. Essa situação se encontra ilustrada na figura 5.20(b). Na interface o anel de discordância sente o efeito de uma força assimétrica decorrente do tensionamento da camada de SiGe. Como conseqüência, um lado do anel é empurrado na direção da superfície e o outro lado fica preso na interface. O resultado deste processo é a formação de uma discordância tipo *misfit* na interface Si-SiGe ligada a superfície por dois segmentos de discordância tipo *threading*. A intensa energia elástica na camada de SiGe faz com que os dois segmentos de discordância tipo *threading* se movam em direções opostas de forma a aumentar o comprimento da discordância de *misfit* na interface, causando a relaxação da estrutura da camada tensionada de SiGe. Mais adiante esses mecanismos serão dis-

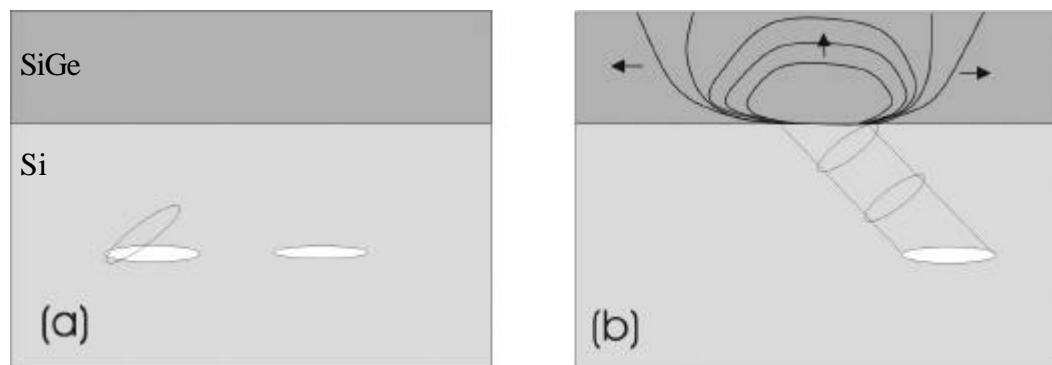


Fig. 5.20. (a) Anéis de discordâncias são nucleados próximo de bolhas de He. (b) Anel de discordância se movendo em direção à interface ao longo de uma direção $\{111\}$ do Si. Ao entrar em contato com a interface forma-se um segmento de MD conectado com a superfície por dois segmentos de TDs. O movimento é impulsionado pelo excesso de tensão entre a camada de SiGe e o substrato de Si.

cutidos em termos da densidade de anéis de discordância ou de bolhas de He.

As melhores condições para minimizar a densidade residual de TDs foram encontradas para tratamentos térmicos realizados na faixa de temperaturas entre 800 e 950°C [26]. Temperaturas mais elevadas favorecem a nucleação de discordâncias na superfície, sendo que uma alta densidade de TDs sempre é encontrada nessas amostras. Por exemplo, amostras implantadas com He e recozidas a 1000°C apresentaram uma densidade de TDs da ordem de 10^{10} cm^{-2} [26].

A oxidação da superfície da camada de SiGe é outro fator importante pelo qual se evita temperaturas de recozimento superiores a 900°C, temperatura na qual o crescimento de óxido de Si começa a ser favorecido.

Efeitos da temperatura do substrato durante as implantações

Os resultados reportados na secção 5.1.5 mostram que a morfologia da microestrutura varia muito dependendo da temperatura de implantação. Tomando como referência o caso de implantações a temperatura ambiente ($T_{\text{amb}} \approx 30^\circ\text{C}$), a discussão será realizada em termos de um regime de baixa e um regime de alta temperatura.

Para implantações no regime de baixa temperatura (caso $T_i = -196^\circ\text{C}$), cabe observar que após recozimento térmico as bolhas terminam se formando numa região de profundidade bem menor do que seria esperado nos casos onde não ocorre amorfização. Por exemplo, a formação das bolhas devido a implantações com uma energia de 30 keV a $T_i = T_{\text{amb}}$ (fig. 5.10) ocorre na mesma profundidade observada para o caso de implantações a 60keV com $T_i = -196^\circ\text{C}$ (fig. 5.17). Além disso, já foi mostrado que em alvos de Si(100) implantados a $T_i = -196^\circ\text{C}$ o volume livre ocupado pelas bolhas é 5 vezes maior do que o obtido com $T_i = T_{\text{amb}}$ [36, 70]. Esses comportamentos podem ser entendidos como uma decorrência da amorfização da região implantada (fig. 5.15). Nessas amostras, durante o recozimento térmico a formação das bolhas ocorre concomitantemente com a recristalização da região amorfa. Uma vez que a densidade do Si amorfo é menor do que a densidade do cristal, existe um excesso de volume livre contido na fase amorfa. Esse excesso resulta num suprimento de vacâncias que, durante a recristalização, podem ser absorvidas pelas

bolhas, acarretando o aumento de volume livre do sistema de bolhas. Nesse caso, a formação do sistema de bolhas não causa relaxação estrutural significativa na camada de SiGe. Isso pode ser entendido como uma consequência ao fato de que a expansão de volume das bolhas ocorreu preferencialmente pela absorção de vacâncias e não pela emissão de anéis de discordância [70]. Os únicos casos em que ocorreu significativa relaxação na camada de SiGe são os de energias de implantação de até 60 keV. Contudo, para energias ≤ 50 keV verifica-se a formação de bolhas na camada de SiGe e na interface com o substrato de Si. A qualidade cristalina dessas amostras é péssima. A melhor situação obtida foi o caso particular da energia de 60 keV, que resultou numa região amorfa enterrada no substrato de Si, cuja interface frontal coincide com a interface Si-SiGe (fig. 5.15(b)). Para energias de implantação superiores a 60 keV, apesar de ter ocorrido um grande acúmulo de defeitos na camada de SiGe após a implantação, esses defeitos são dissolvidos durante os recozimentos térmicos a 850°C, e a camada de SiGe recresce epitaxialmente. Essa situação particular é semelhante com o caso onde os filmes de SiGe são crescidos sobre substratos de Si com uma camada rica em defeitos na superfície [20, 21], discutido na seção 1.3. O efeito de danos de implantação será discutido em mais detalhes no próximo capítulo.

Para o regime de altas temperaturas de implantação, isto é, $T_i > T_{amb}$, ocorre a formação de um sistema de pequenas bolhas esféricas durante a implantação. Conforme mostramos no capítulo 4, em alvos de Si(100), o tamanho médio das bolhas aumenta com o aumento da temperatura de implantação. Contudo, em todos os casos, o tamanho médio das bolhas diminui após recozimentos térmicos (veja a Fig. 4.8), sendo que para $150^\circ\text{C} \leq T_i \leq 250^\circ\text{C}$, após recozimento o sistema de bolhas e defeitos é totalmente dissolvido, ou seja, os defeitos são dissolvidos e os átomos intersticiais de Si voltam a preencher o espaço das bolhas [36, 70]. Já, no caso de $T_i = 350^\circ\text{C}$ as bolhas sofrem uma redução em tamanho durante tratamentos térmicos, mas não são totalmente dissolvidas. Nesse caso, após recozimento a 800°C o volume livre ocupado pelo sistema de bolhas é 5 vezes menor em relação a uma amostra implantada realizada em T_{amb} e recozida nas mesmas condições [36]. Considerando o caso de amostras de SiGe/Si implantadas com He a $150^\circ\text{C} \leq T_i \leq 250^\circ\text{C}$ observa-se que, durante os recozimentos a temperaturas acima de 600°C, os anéis de discordância

formados começam a ser dissolvidos. Portanto, poucos anéis de discordância estarão disponíveis para relaxar a camada de SiGe. Como consequência, as camadas de SiGe apresentam baixo grau de relaxação.

Energia e fluência de implantação

Os resultados reportados neste capítulo indicam que os mecanismos responsáveis pela relaxação estrutural de camadas pseudomórficas de SiGe/Si são afetados tanto pela energia como pela fluência da implantação de He. Um sumário das nossas observações experimentais está esquematizado na figura 5.21.

A energia de implantação determina a profundidade onde são formadas as cavidades de He, e conseqüentemente a profundidade onde nucleiam os anéis de discordância. Nossos resultados mostram que, se a energia de implantação for muito baixa, após o tratamento térmico são observadas cavidades de He numa ampla região de profundidades que se estende desde a interface SiGe-Si até R_p (alcance projetado da implantação). Inicialmente foi assumido de que o principal parâmetro responsável pela formação de cavidades na interface é a concentração local de He [64], que pode ser estimada pelo programa TRIM, mas que certamente se modifica em função dos processos de difusão auxiliada pela irradiação discutidos no capítulo anterior. Num trabalho recente, Cai *et al.* [28] mostrou que a densidade residual de TDs aumenta for-

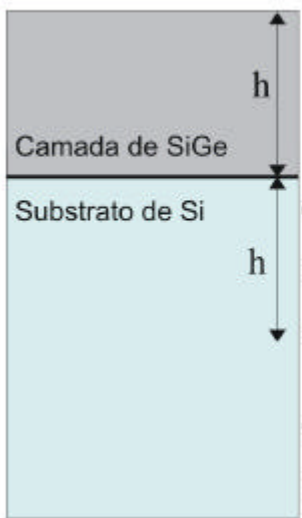
Estrutura	Profundidade de implantação	Resultados	
	Efeitos observados:	Alta fluência:	Baixa fluência:
	<ul style="list-style-type: none"> ● Bolhas na camada de SiGe e interface ● Bolhas da interface até R_p ● Bolhas formam uma camada bem definida ● Bolhas formam uma camada bem definida 	<ul style="list-style-type: none"> -baixa qualidade -alta densidade de TD -baixo grau de relaxação -baixa densidade de TD -elevado grau de relaxação -baixa densidade de TD -baixo grau de relaxação 	<ul style="list-style-type: none"> -baixa qualidade -alta densidade de TD -elevado grau de relaxação -maior densidade de TD -menor grau de relaxação -baixa densidade de TD -baixo grau de relaxação

Fig. 5.21. Sumário das observações microestruturais para diferentes condições de implantação.

temente com a quantidade de He implantada que fica localizada no interior da camada de SiGe. Novamente, a estimativa da quantidade de He na camada de SiGe foi feita através de simulação via TRIM, desconsiderando possíveis efeitos de redistribuição dos átomos de He durante a implantação. Em termos de densidade de TDs, o melhor resultado reportado por Cai *et al.* foi de $5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$. Também foi estimado que 10^7 TDs cm^{-2} seria o limite mínimo de defeitos que poderia ser atingido através do método de implantação de He e recozimento térmico. Valores similares de defeitos foram obtidos em nossos experimentos com fluências de implantação de $1,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, porém, reduzindo a fluência de implantação para $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ conseguimos produzir camadas com alto grau de relaxação e densidade de defeitos tão baixa como 3×10^6 TDs cm^{-2} .

Realmente, de acordo com simulações via TRIM como as da figura 5.4, existem duas possibilidades de reduzir a quantidade de He que fica implantada na camada de SiGe, que são:

- i) aumentar a energia de implantação e / ou
- ii) reduzir a fluência de implantação.

Nossos resultados experimentais, sumarizados nas tabelas 5.1 e 5.3, mostram que realmente a qualidade das camadas de SiGe em termos de TDs pode ser melhorada aumentando-se a energia de implantação. Mas, a partir de uma dada energia, o grau de relaxação das camadas de SiGe também começa a ficar menor. Com o aumento da energia de implantação a profundidade na qual são formadas as bolhas de He (e conseqüentemente os anéis de discordância) dentro do substrato de Si se torna cada vez maior. A energia elástica acumulada na camada tensionada de SiGe é refletida para o substrato de Si, sendo que a sua intensidade diminui com a distância a partir da interface. Se os anéis de discordância formados dentro do substrato de Si se localizam a uma distância grande da interface com a camada de SiGe, a força que atua sobre os mesmos não é o suficiente para causar seu movimento em direção a interface. Dessa forma, poucos anéis de discordância alcançam a interface e conseqüentemente a relaxação induzida na camada de SiGe será baixa.

Aparentemente, uma situação melhor ocorre quando se reduz a fluência de implantação para $7 \times 10^{15} \text{ He cm}^{-2}$, onde densidades de TDs tão baixas como $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$

foram obtidas. Após recozimento térmico a 850°C, o principal efeito da redução da fluência de implantação está na densidade de cavidades de He (bolhas vazias) no substrato de Si, conforme ilustram as imagens de PV-TEM da Fig. 5.11 e os resultados da tabela 5.2. O número de átomos intersticial de Si pode ser obtido a partir do volume livre ocupado pelas bolhas e da densidade do Si cristalino (5×10^{22} at. cm^{-3}). Analisando os resultados da tabela 5.2 encontramos que o número de átomos intersticiais de Si diminuiu oito vezes ao reduzir a fluência de implantação de $1,5 \times 10^{16}$ para 7×10^{15} cm^{-2} . Considerando que o diâmetro dos anéis de discordância formados não seja alterado pela fluência de implantação (o que é razoável, uma vez que o diâmetro médio das bolhas também não se alterou muito), então teríamos oito vezes menos discordâncias no caso da menor fluência, mas que foram suficientes para relaxar em 70% a camada de SiGe. Esses resultados estão em desacordo com o que era inicialmente previsto nas relações sugeridas por Trinkaus *et al.* (ver página 14) [24]. O modelo afirma que para haver uma relaxação bem sucedida será necessário formar uma alta densidade de discordâncias e correspondentemente de bolhas planas, em valores próximos ao nível usado para clivagem induzida por bolhas (“*ion cut*”) [18], onde a distância entre bolhas é da ordem do seu diâmetro, permitindo que a camada superficial seja inteiramente removida do substrato de Si. Contudo, no caso das altas fluências de implantação usadas no processo de clivagem ($> 2 \times 10^{16}$ cm^{-2}) as bolhas de He já são formadas durante o processo de implantação e sempre apresentam uma forma esférica. As bolhas esféricas geralmente possuem menor pressão de gás, pois são mais eficientes em acumular vacâncias, são menores e tendem a se formar em mais alta densidade. Ao contrário, a formação de bolhas planas e superpressurizadas de He em alvos de Si ocorre somente numa faixa bem definida de implantações com $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2} \leq \text{fluência} \leq 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ [31, 38 e suas referências].

A fluência de implantação também afeta o movimento dos anéis de discordância formados em volta das bolhas de He. Sabe-se que discordâncias não se propagam através de cavidades (bolhas), sendo seu movimento bloqueado pelas mesmas (um exemplo está na imagem da figura 5.10(a), onde um anel de discordância se encontra preso a uma cavidade no interior da camada de SiGe). Portanto, no caso de altas fluências de implantação, altas densidades de anéis de discordância são formados,

contudo, a sua propagação é prejudicada devido a alta densidade de bolhas de He (veja, por exemplo, a figura 2.4), afetando negativamente o processo de relaxação. Ao contrário, no caso de uma fluência de implantação de $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, as bolhas de He se encontram bem afastadas entre si (veja as figuras 5.9 - 5.11) e a probabilidade de um anel de discordância ser bloqueado por uma cavidade fica reduzida. O tensionamento da estrutura cristalina do Si em volta das bolhas também pode causar o movimento de discordâncias para dentro do substrato de Si e na direção da superfície. A origem dessa força de repulsão é a compressão da rede cristalina do Si em volta de uma bolha plana, que atua de forma inversa a força de distensão que a camada de SiGe causa no substrato de Si, nas proximidades com a interface.

Em resumo, os presentes resultados e sua interpretação, com base nos processos de modificação da microestrutura, mostraram como se pode reduzir a densidade de TDs mantendo um alto grau de relaxação estrutural das camadas de SiGe. Nesse sentido foi possível explicar porque os melhores resultados foram obtidos para fluências de implantação ($7 \times 10^{15} \text{ He}^+ \text{ cm}^{-2}$) onde ocorre a formação de bolhas planas superpressurizadas. Além disso, também apresentamos argumentos para explicar porque a energia de implantação deve ser otimizada no sentido de levar a formação de bolhas numa profundidade da ordem do dobro da espessura da camada de SiGe.

Espessura da camada de SiGe *versus* retenção de He

Devido a baixa condutividade térmica do SiGe, é de interesse diminuir ao máximo a espessura das camadas para uma posterior aplicação na fabricação de dispositivos com canal de Si tensionado que tenham como substrato heteroestruturas de SiGe/Si. Contudo, nossos resultados (Fig. 5.13) bem como os de publicações recentes [28, 64] mostram que a relaxação estrutural é fortemente reduzida com a diminuição da espessura da camada de SiGe. A tendência é que para espessuras inferiores a 100 nm, independentemente da concentração de Ge, a máxima relaxação estrutural atingida pela camada de SiGe é da ordem de 50 a 55%, o que é insuficiente para o crescimento de sSi com interesse comercial. Contudo, aumentando-se a espessura da camada para 130 a 150 nm o grau de relaxação rapidamente cresce para valores em torno de 65 a 70%, chegando a 80% para camadas com mais de 200 nm de espessura. No entanto, se a espessura das camadas exceder ao valor da espessura

crítica, altos valores de relaxação associados com altas densidades de TDs são encontrados, inclusive em amostras apenas tratadas termicamente. Nesses casos a relaxação ocorre devido as discordâncias que se formam na superfície e se propagam através da camada de SiGe até a interface com o Si, onde formam segmentos de MDs.

A questão que surge é por que a relaxação estrutural parece saturar em 50% para camadas de SiGe com espessuras inferiores a 100 nm? Seria pelo fato da energia de implantação estar na faixa de 13 a 30 keV, onde mostramos que uma significativa parte do He que é implantado permeia para fora da amostra durante o processo de implantação?

A análise das amostras por X-TEM nos mostrou que um grande número de anéis de discordância pode ser encontrado no substrato de Si numa região próxima da interface com a camada de SiGe (veja Fig 5.9). Este resultado sugere que a pequena quantidade de He retida ainda é suficiente para, mediante tratamentos térmicos, nuclear bolhas de He capazes de emitir anéis de discordância. Mas, por que esses anéis de discordância não são “usados” para relaxar mais a estrutura da camada de SiGe? Uma possível explicação está na força atrativa exercida pela interface tensionada sobre os anéis de discordância formados no substrato de Si. Segundo o modelo proposto por Trinkaus *et al.* [24], a força atrativa se deve ao tensionamento da rede cristalina gerada pelo *misfit* entre a rede cristalina do Si e do SiGe. Conforme a teoria elástica, a energia devida ao tensionamento da camada epitaxial de SiGe é proporcional ao produto $\epsilon_{ex}^2 \cdot h$, onde ϵ_{ex} é o excesso de tensão e h é a espessura da camada de SiGe. A dependência do tensionamento de *misfit* com a espessura da camada implica que a força atrativa responsável pelo movimento dos anéis de discordância em direção à interface SiGe é afetada pela espessura da camada de SiGe. Esses fatos sugerem que, para uma camada epitaxial de SiGe/Si não muito espessa, existe um grau de relaxação máximo a partir do qual a força devido ao tensionamento residual não é mais suficiente para ativar o movimento de anéis de discordância localizados no substrato de Si próximo da interface com o SiGe. No entanto, se a concentração de Ge na camada de SiGe for aumentada, essa mesma relação prevê o aumento da energia elástica acumulada na camada de SiGe e, portanto, a força que atua sobre as discordâncias também aumenta. Apesar das expectativas positivas, os resultados

experimentais têm mostrado que o grau de relaxação de camadas de SiGe com concentração de Ge entre 20% e 30% é idêntico quando a espessura da camada for inferior a 100 nm [28, 64]. Para tais camadas é necessário implantar a mais baixa energia, evitando assim formar bolhas a uma distância muito grande da interface. Contudo, ao diminuir a energia recaímos no problema da perda de He. Isso mostra que possíveis efeitos relacionados com a retenção de He sobre os processo de relaxação das camadas de SiGe ainda devem ser considerados.

5.3 – Conclusões

Implantações de He seguidas de tratamentos térmicos foram usadas para relaxar a estrutura de camadas pseudomórficas de SiGe/Si(100). A variação sistemática dos parâmetros das implantações de He e dos tratamentos térmicos pós-implantação permitiu estudar a evolução da microestrutura dessas amostras, entender os mecanismos envolvidos e assim otimizar a relação entre o grau de relaxação e a densidade residual de discordâncias na camada de SiGe.

Inicialmente, mostramos que intensas modificações ocorrem na microestrutura das amostras implantadas quando submetidas a tratamentos térmicos. Em temperaturas na faixa de 350 a 400°C ocorre a nucleação de bolhas planas de He, com o aumento da temperatura de recozimento as bolhas planas evoluem e se transformam em bolhas esféricas mediante a injeção de átomos intersticiais de Si na matriz de Si. Para minimizar a energia do cristal, os átomos intersticiais de Si formam defeitos estendidos como anéis de discordância que se tornam móveis em temperaturas acima de 600°C. A energia elástica acumulada na camada tensionada de SiGe exerce uma força atrativa sobre os anéis de discordância, que se movem na direção a camada de SiGe, dando início ao processo de relaxação.

O processo de relaxação estrutural depende sensivelmente da profundidade de implantação. Implantações muito rasas resultam na formação de bolhas de He na camada interface ou na camada de SiGe. Essas bolhas impedem a propagação de discordâncias, resultando numa alta densidade de defeitos na camada de SiGe. Efeitos similares ocorrem para altas fluências de implantação, onde bolhas de He podem ser observadas na camada de SiGe. Contudo, no caso de uma implantação muito profunda,

os anéis de discordância são formados em profundidades nas quais os mesmos não são mais atuados pelo tensionamento elástico da camada de SiGe, resultando em camadas de SiGe com baixo grau de relaxação. As melhores condições em termos de relaxação estrutural e densidade de defeitos foram obtidas quando a camada de bolhas é formada numa profundidade equivalente a duas vezes a espessura da camada de SiGe.

Reduzindo a fluência de implantação $1,5 \times 10^{16}$ He cm^{-2} para 7×10^{15} He cm^{-2} verificou-se que o máximo de relaxação ocorre para energias mais altas comparado com implantações de $1,5 \times 10^{16}$ cm^{-2} . Dependendo da espessura das camadas de SiGe, reduzir a fluência de implantação pode tanto aumentar como também diminuir o grau de relaxação. Porém, a densidade residual de defeitos na camada de SiGe sempre é significativamente menor para as baixas fluências de implantação.

A energia elástica acumulada na camada de SiGe aumenta quadraticamente com o excesso de tensionamento de misfit ϵ_{ex} na interface com o Si e linearmente com a espessura h da camada de SiGe. Assim, a espessura e a concentração de Ge no filme são de fundamental importância, pois determinam a quantidade de energia elástica acumulada. Nosso trabalho demonstra que camadas de SiGe com espessura maior que a espessura crítica (espessura acima da qual o crescimento deixa de ser pseudomórfico) apresentam elevado grau de relaxação associado com uma baixa qualidade cristalina. Danos introduzidos pela implantação de He em fluências abaixo do limite de formação de bolhas (4×10^{15} cm^{-2}) são suficientes para promover a relaxação através da formação de meio-anéis de discordância (*half loops*) na superfície. Por outro lado, também mostramos que camadas finas contendo baixa concentração de Ge não possuem energia elástica suficiente para desencadear o processo de relaxação. O grau de relaxação de camadas finas de Ge também não se mostrou dependente da concentração de Ge (pelo menos no intervalo de 20 a 30%). Logo, em camadas finas de SiGe, onde a energia de implantação é menor que 20 keV, os possíveis efeitos das perdas de He durante as implantações (discutidos no capítulo anterior) ainda não podem ser totalmente desconsiderados e poderão afetar negativamente os mecanismos de relaxação das camadas de SiGe.

Em resumo, estamos mostrando que a relaxação das camadas pseudomórficas de SiGe/Si é um mecanismo complexo que envolve a formação, o movimento e a

interação de discordâncias, e depende fortemente das características das amostras e dos parâmetros das implantações de He e dos tratamentos térmicos. Este estudo também demonstra e discute a existência de situações de compromisso entre parâmetros experimentais como fluência, energia, temperatura, concentração de Ge e espessura da camada de SiGe que acabam impondo limites ao método de relaxação através da implantação de íons de He e recozimento térmico.

Capítulo 6

Relaxação estrutural de SiGe/Si(100): Implantações de Si

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados de experimentos relacionados com a implantação de íons de Si em substratos de Si cristalino e em heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si(100). A evolução microestrutural das amostras implantadas foi estudada em função da temperatura e do tempo de recozimento. Dentre os diversos parâmetros experimentais investigados, a fluência de implantação mostrou-se ser a mais crítica, apresentando uma forte dependência com a concentração de Ge nas camadas de SiGe. Os resultados obtidos são interpretados em termos da criação de defeitos de implantação e da nucleação e evolução térmica de defeitos estendidos formados pelo excesso de átomos de Si introduzidos nas amostras.

Todas as implantações foram realizadas no Centro de Pesquisas em Jülich durante o período de doutorado-sanduíche. De fato, não seria possível realizar essas implantações no acelerador em Porto Alegre, uma vez que o equipamento existente não possibilita discriminar íons de Si^+ de íons de N_2^+ , que possuem a mesma relação massa/carga.

6.1 – Resultados experimentais

Experimentos preliminares realizados em Jülich já haviam demonstrado êxito na relaxação de heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si através da implantação de íons Si^+ seguida de tratamento térmico [71]. Os resultados que serão apresentados a seguir representam uma continuidade desses trabalhos, caracterizando em maiores detalhes os mecanismos precursores a relaxação da camada de SiGe. Todos os

experimentos foram realizados em amostras cortadas de uma única bolacha com uma camada pseudomórfica de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}$ com 150 nm de espessura, crescida por CVD sobre um substrato de Si(100) de 150 mm de diâmetro.

6.1.1 – Efeitos dos parâmetros de recozimento térmico

Amostras de Si(100) e de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ foram simultaneamente implantadas em temperatura ambiente com íons de Si^+ de 180 keV de energia e fluência de $1,5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$. O alcance projetado da implantação é 270 nm para o alvo de Si e 253 nm para a amostra de SiGe/Si. Partes das amostras implantadas foram recozidas em ambiente de Ar num forno RTP nas temperaturas de 750 e 850°C por 30, 300 e 600 segundos. As amostras foram analisadas por TEM e RBS em direção canalizada.

a) Amostras de Si(100)

Na figura 6.1 apresentamos uma seqüência de imagens X-TEM mostrando a evolução térmica da microestrutura das amostras de Si(100) implantadas em função da temperatura e do tempo de recozimento. As imagens foram obtidas com condições de campo escuro usando as reflexões mostradas nas figuras. Na amostra recozida a 750°C

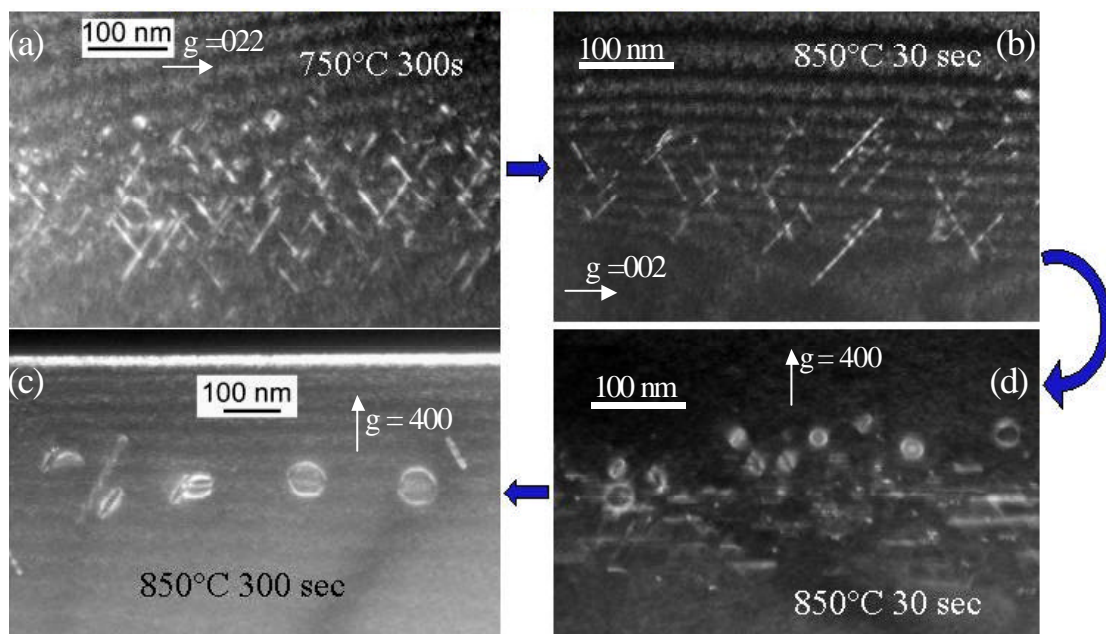


Fig. 6.1. Imagens X-TEM de campo escuro de amostras de Si(100) implantadas com Si^+ na energia de 180 keV e fluência de $1,5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ e recozidas nos tempos e temperaturas indicados nas figuras.

por 300 segundos (figura 6.1(a)) uma alta quantidade de defeitos lineares conhecidos por defeitos {311} é observada. Temperaturas mais elevadas e tempos mais curtos de recozimento mostram a coexistência de defeitos {311} e pequenos anéis de discordâncias (figuras 6.1(b) e (d)). Conforme pode ser visualizado na figura 6.1(c), aumentando o tempo de recozimento para 300 segundos todos defeitos {311} foram dissolvidos e somente anéis de discordâncias podem ser observados. Esses resultados estão de acordo com os trabalhos existentes na literatura e que foram discutidos no capítulo 2 (página 26) [42-46].

As medidas de RBS em direção aleatória e canalizada na direção destas amostras são apresentadas na figura 6.2. O espectro canalizado da amostra como implantada mostra que o nível de danos introduzidos na matriz cristalina do Si pela implantação é bem elevado, contudo está bem abaixo do nível de amorfização. Os espectros canalizados das amostras recozidas a 750°C por 300 s e 850°C por 30 s são idênticos e mostram que os danos introduzidos pela implantação são novamente dissolvidos durante os tratamentos térmicos. Contudo, a fração de íons descanalizados na região do espectro em torno do canal 530 é de 3,3%, que é um valor ligeiramente superior ao de uma amostra não implantada (não mostrado) que apresenta valores típicos da ordem de 2,5%. Esse pequeno aumento no número de eventos de retroespalhamento é a contribuição dos defeitos estendidos existentes na matriz de Si, conforme ilustrado nas imagens X-TEM da figura 6.1

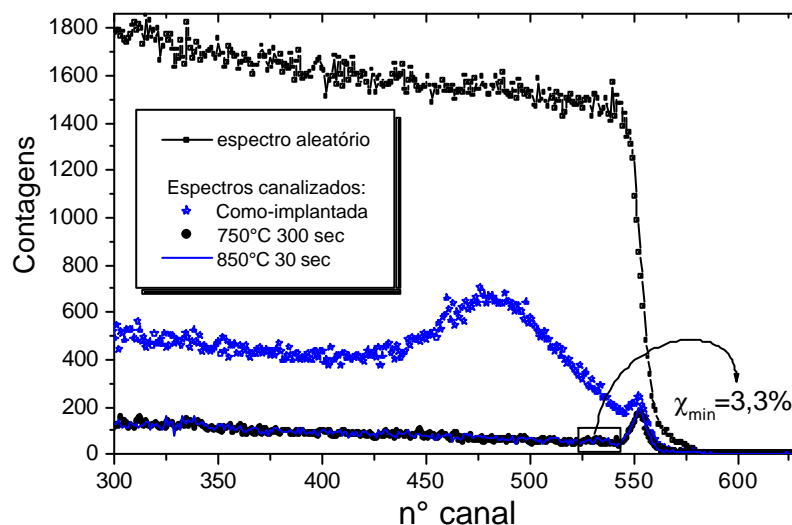


Fig. 6.2. Espectro RBS em direção aleatória e direção canalizada [100] de amostras de Si implantadas com $1,5 \times 10^{14} \text{ Si}^+ / \text{cm}^2$ com 180 keV de energia.

b) Amostras com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$

Os espectros de RBS em direção aleatória e canalizada da amostra de SiGe/Si como-implantada com Si (180 keV , $1,5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$) e após recozimento térmico são apresentados na figura 6.3. O grau de relaxação das camadas de SiGe, determinado através de varreduras angulares de RBS/C, está inserido na legenda da figura. O espectro canalizado da amostra como-implantada mostra os danos produzidos pela implantação de Si, que atingem um nível de até 100% na camada de SiGe e se estendem para o substrato de Si até uma profundidade em torno de 100 nm abaixo da interface com a camada de SiGe, onde está localizado o alcance projetado da implantação. Portanto, como se pode verificar comparando as figuras 6.2 e 6.3, a camada de SiGe é bem mais sensível a produção de danos por implantação do que o substrato de Si. Durante os recozimentos térmicos pós-implantação, o intenso nível de danos gerados pela implantação de Si é parcialmente dissolvido. Apesar de elevados graus de relaxação serem detectados na camada de SiGe, a intensa decanalização do feixe de íons na camada de SiGe indica uma baixa qualidade cristalina. Mesmo após recozimento na temperatura de 950°C por 10 minutos a região do espectro correspondente a camada de SiGe ainda apresenta um nível de contagens superior ao da camada de SiGe como-crescida.

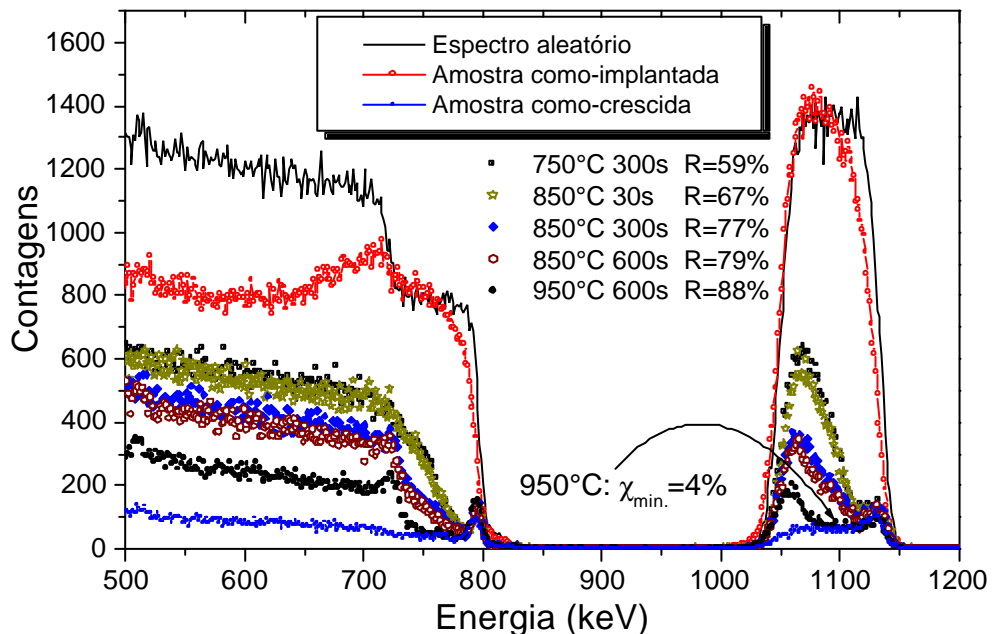


Fig. 6.3. Espectros RBS em direção aleatória e canalizada [100] de amostras com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantadas com $1,5 \times 10^{14} \text{ Si cm}^{-2}$ com 180 keV de energia e tratadas termicamente.

A evolução da microestrutura das amostras implantadas frente a recozimentos térmicos pode ser melhor entendida através do conjunto de imagens de X-TEM de campo escuro apresentadas na figura 6.4. As imagens 6.4(a) e (c) foram obtidas com o feixe de uma reflexão (220), e as demais com uma reflexão (400). A evolução da microestrutura no substrato de Si é muito similar com as observações realizadas com implantações em Si puro (figura 6.1). Após recozimento a 750°C por 300 s podemos

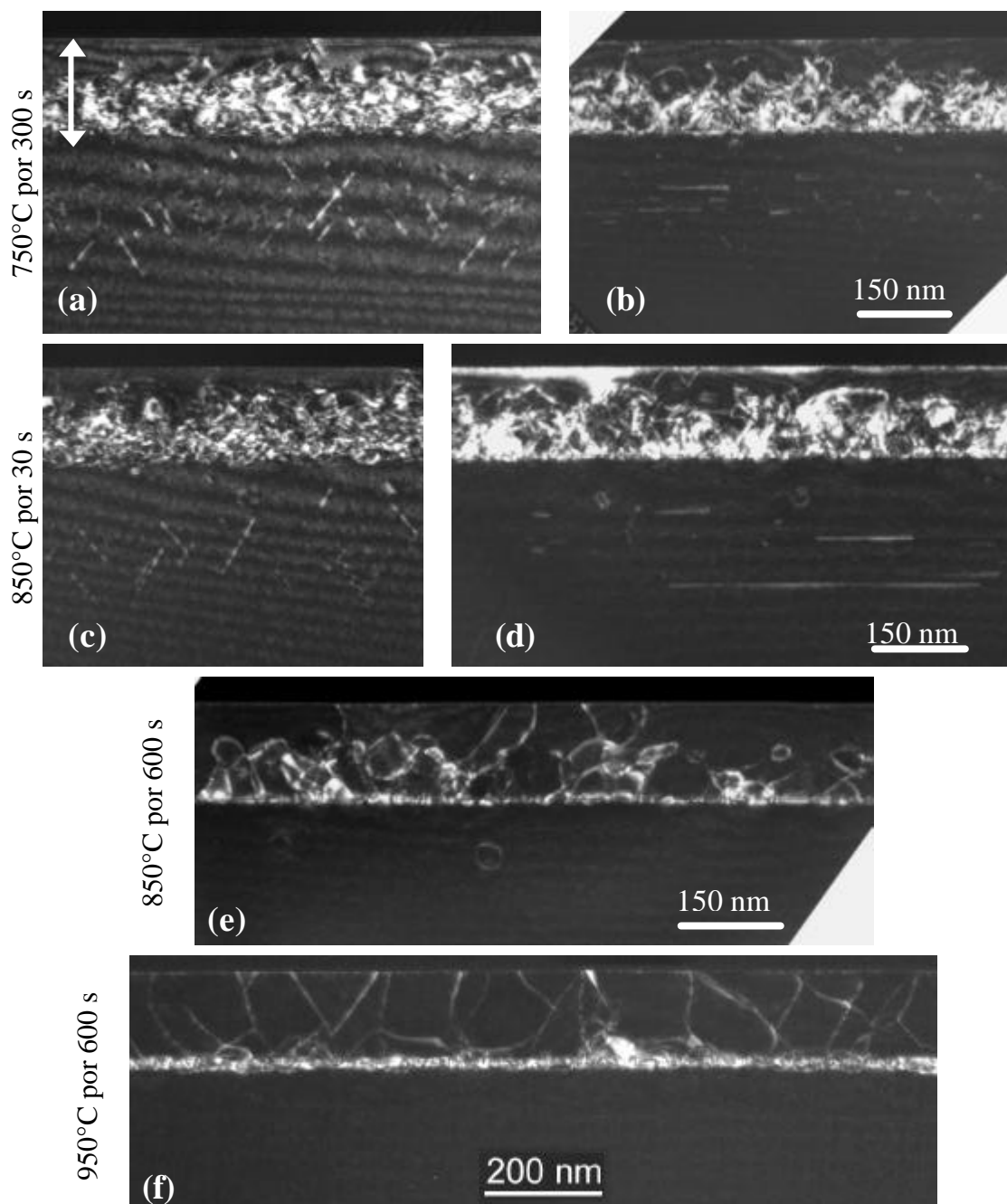


Fig. 6.4. Imagens X-TEM de campo escuro de amostras de Si_{0,74}Ge_{0,26}/Si(100) implantadas com íons de Si de 180 keV na fluência de $1,5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ e recozidas nas condições explicitadas nas figuras.

observar uma região na camada de SiGe, próxima da interface com o substrato de Si, densa em defeitos. Já no substrato de Si, defeitos {311} podem ser observados na região onde os átomos de Si foram implantados. Na amostra recozida a 850°C por 30 s tanto anéis de discordância como defeitos {311} são encontrados no substrato de Si, próximo da interface com a camada de SiGe. Defeitos {311} de comprimento superior a 500 nm podem ser encontrados, comprimentos esses não observados no caso do Si puro. Somente poucos anéis de discordância podem ser encontrados abaixo da camada de SiGe após um recozimento a 850°C por 600 s. Contudo, um número extremamente elevado de discordâncias está localizado no interior da camada de SiGe, principalmente na região mais próxima da interface com o substrato de Si. Após um recozimento a 950°C por 600 s todos os defeitos anteriormente localizados no substrato de Si foram dissolvidos. Porém, na camada de SiGe continua existindo uma alta quantidade de discordâncias, cuja distribuição espacial aparenta ser mais uniforme em comparação ao caso 850°C.

Como veremos a seguir, a qualidade cristalina da camada de SiGe pode ser melhorada através da redução da fluência da implantação de Si.

6.1.2 – Efeitos da fluência de implantação

Para investigar o efeito da fluência da implantação de Si sobre a relaxação estrutural da camada de SiGe, foram realizadas implantações com duas fluências mais baixas: 1×10^{14} e $8,5 \times 10^{13}$ cm^{-2} . Pedacos das amostras implantadas foram submetidos a recozimento a 850°C por 600 segundos.

Os espectros de RBS das amostras produzidas são apresentados na figura 6.5. Conforme era esperado, com a redução da fluência de implantação, verifica-se também uma redução dos danos gerados pela implantação na estrutura cristalina da amostra. Para a fluência de 1×10^{14} cm^{-2} o nível de danos na camada de SiGe ainda é elevado após a implantação, mas já não atinge mais o nível de 100% como no caso $1,5 \times 10^{14}$ cm^{-2} . Após recozimento térmico a 850°C por 600 s, os danos de implantação na camada de SiGe da amostra implantada na fluência de 1×10^{14} cm^{-2} são novamente dissolvidos, e a estrutura está 77% relaxada. Contudo, o valor de χ_{min} do sinal do Ge na região central da camada de SiGe está em 5,5%, que é um valor bem superior ao da

camada de SiGe como-crescida, que é em torno de 4%. Um valor de χ_{\min} de 4,2% foi obtido para a amostra implantada na fluência de $8,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ e recozida a 850°C , porém, um grau de relaxação de apenas 34% foi determinado para a camada de SiGe dessa amostra.

A microestrutura das amostras recozidas a 850°C também foi investigada por TEM. A figura 6.6(a) é uma imagem de campo escuro da amostra implantada na fluên-

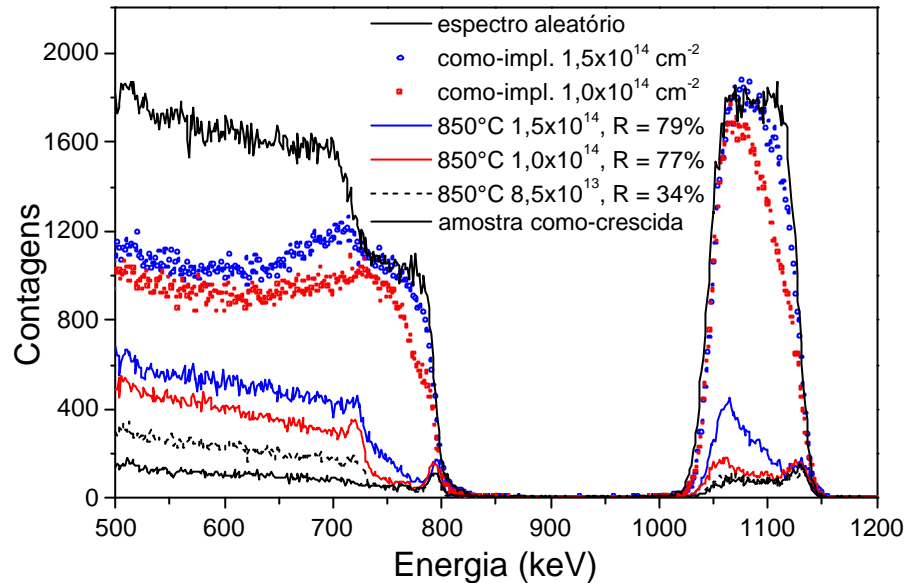


Fig. 6.5. Espectros RBS em direção aleatória e direção canalizada [100] de amostras com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantadas com Si^+ de 180 keV de energia e fluências entre $8,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ e $1,5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ e recozidas a 850°C por 600 s.

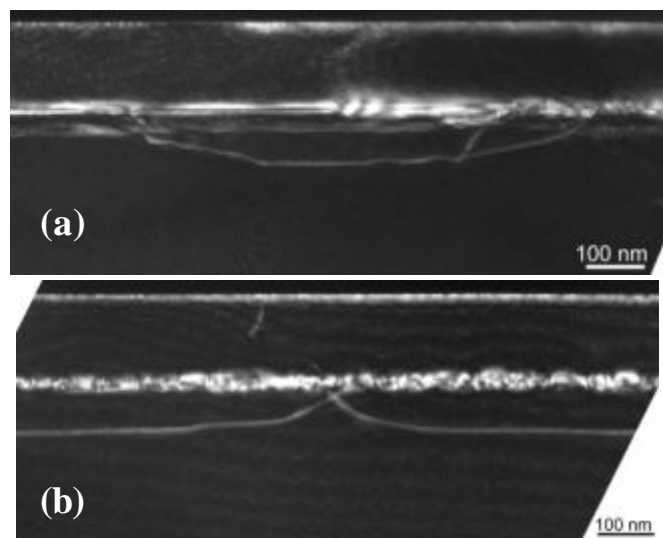


Fig. 6.6. Imagens X-TEM de campo escuro de amostras de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantadas com íons de Si de 180 keV na fluência de $8,5 \times 10^{13}$ (a) e $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ (b) após recozimento a 850°C por 600 s.

cia de $8,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ e recozida a 850°C . Como consequência do baixo grau de relaxação da camada de SiGe, poucas discordâncias de *misfit* são encontradas na interface SiGe-Si. No substrato de Si são encontradas apenas algumas discordâncias longas, que começam e terminam na interface com a camada de SiGe. Discordâncias desse tipo também são encontradas na amostra implantada na fluência de $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ e recozida a 850°C (figura 6.6(b)). Nesse caso, defeitos são encontrados com bastante frequência no interior da camada de SiGe nas proximidades dos pontos onde as discordâncias do substrato de Si se conectam com a interface. A densidade de defeitos na camada de SiGe, estimada por PV-TEM, está na ordem de 10^8 cm^{-2} , que é um valor muito elevado.

6.1.3 – Efeitos da energia de implantação

Heteroestruturas pseudomórficas com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ foram implantadas com íons de Si^+ na fluência de $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ e com energias entre 55 e 300 keV. As energias foram escolhidas de forma que o alcance projetado das implantações esteja no interior da camada de SiGe (55 keV), na interface (120 keV), e no substrato de Si a uma profundidade de 80 nm da interface (180 keV) e numa profundidade de 250 nm abaixo da interface (300 keV). Após a implantação, as amostras foram submetidas a recozimentos térmicos a 850°C por 600 segundos.

A figura 6.7 apresenta os espectros de RBS/C na direção [100] e o respectivo grau de relaxação estrutural da camada de SiGe determinada através de varreduras angulares. Os resultados indicam que o grau de relaxação na camada de SiGe independe da energia de implantação no intervalo de energia entre 55 e 180 keV, que corresponde a profundidades de implantação de Si^+ do interior da camada de SiGe até profundidades localizadas no substrato a ≈ 100 nm abaixo da interface com a camada de SiGe. Os espectros de RBS/C dessas amostras também são muito semelhantes. Contudo, os resultados também indicam que caso a energia da implantação de Si é bastante elevada, como é o caso de 300 keV que resulta num alcance projetado localizado a 250 nm abaixo da interface, a estrutura da camada de SiGe não relaxa muito. O baixo grau de relaxação dessa amostra, ou simplesmente, a baixa densidade de discordâncias de *misfit* na interface SiGe-Si, é a causa da redução do número de

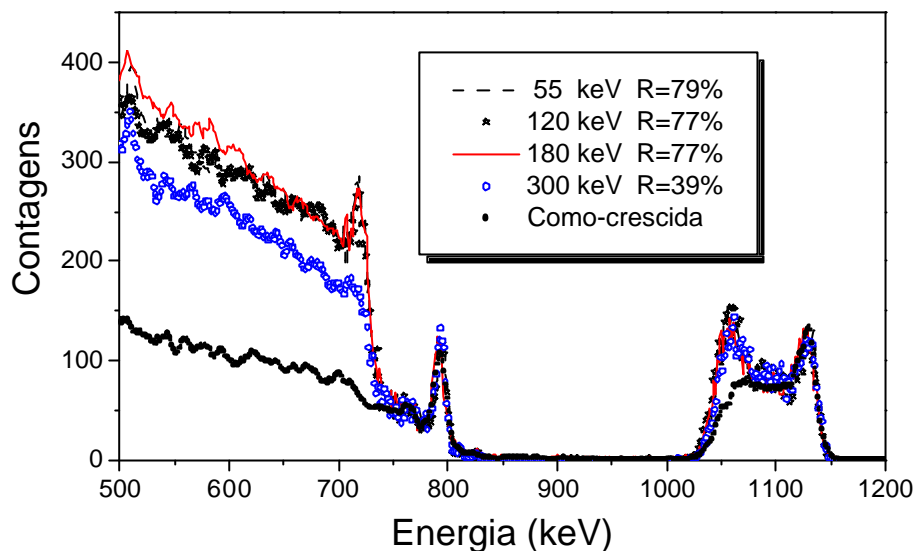


Fig. 6.7. Espectros RBS em direção canalizada [100] de amostras com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantadas com Si^+ na fluência de $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ com energias na faixa de 55 a 300 keV e recozidas a 850°C por 600 s.

eventos de retroespalhamento no sinal do Si na região do espectro de RBS/C que corresponde a interface e substrato de Si.

Numa segunda etapa realizamos implantações de Si na interface SiGe-Si (energia de 120 keV) variando a fluência de 7×10^{13} a $1,15 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ em intervalos de $1,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$. Após a implantação de Si as amostras foram recozidas a 850°C por 10 minutos. Os espectros de RBS e RBS/C desse conjunto de amostras e o respectivo grau de relaxação da camada de SiGe são apresentados na figura 6.8. Os resultados indicam que a camada de SiGe das amostras implantadas com fluências de $(1 \pm 0,15) \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$, e recozidas apresentam grau de relaxação semelhante, com um valor médio de $75 \pm 2\%$. Contudo, reduzindo a fluência de implantação para $7,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$, o grau de relaxação da camada de SiGe diminui drasticamente para um valor de 47%. Portanto, existe uma dada fluência de implantação, em torno de $8,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$, a partir da qual o grau de relaxação decresce rapidamente para fluências mais baixas. No entanto, as medidas de RBS/C da figura 6.8 também revelam que implantando uma fluência um pouco maior, como $1,15 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$, a qualidade cristalina da camada de SiGe é muito baixa. Esta forte relação entre o grau de relaxação e a qualidade cristalina da camada de SiGe como função da fluência da implantação de Si também havia ocorrido nas implantações na energia de 180 keV.

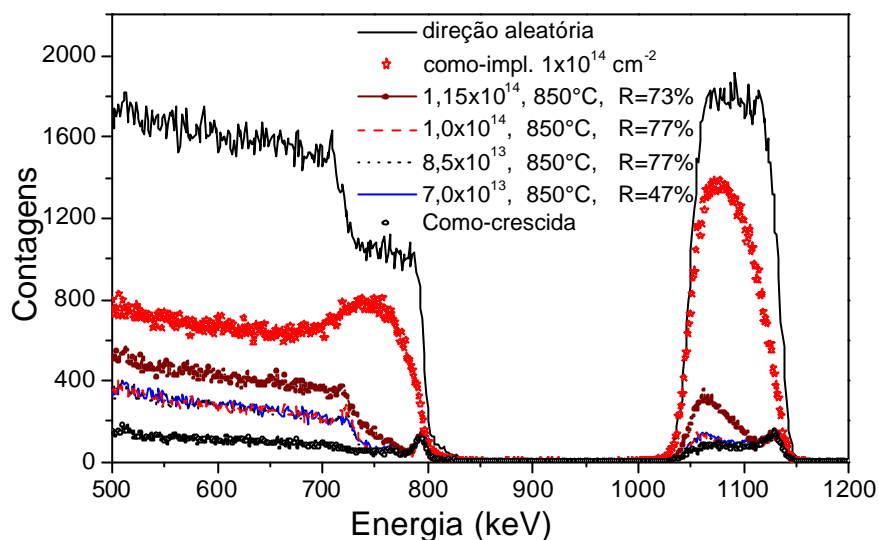


Fig. 6.8. Espectros RBS em direção aleatória e canalizada [100] de amostras de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$ implantadas com Si^+ de 120 keV de energia e fluências entre 7×10^{13} e $1,5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ e recozimento a 850°C por 600 s.

A microestruturas das amostras implantadas e recozidas também foi investigada por TEM. Na amostra implantada na energia de 55 keV, com alcance projetado dentro da camada de SiGe, uma grande quantidade de discordâncias (anéis de discordância e TDs) foi encontrada na camada de SiGe (não mostrado). Caso semelhante foi observado na amostra implantada com 120 keV na fluência de $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$, conforme pode ser visto nas imagens X-TEM de campo claro e escuro da figura 6.9(a) e (b). Es-

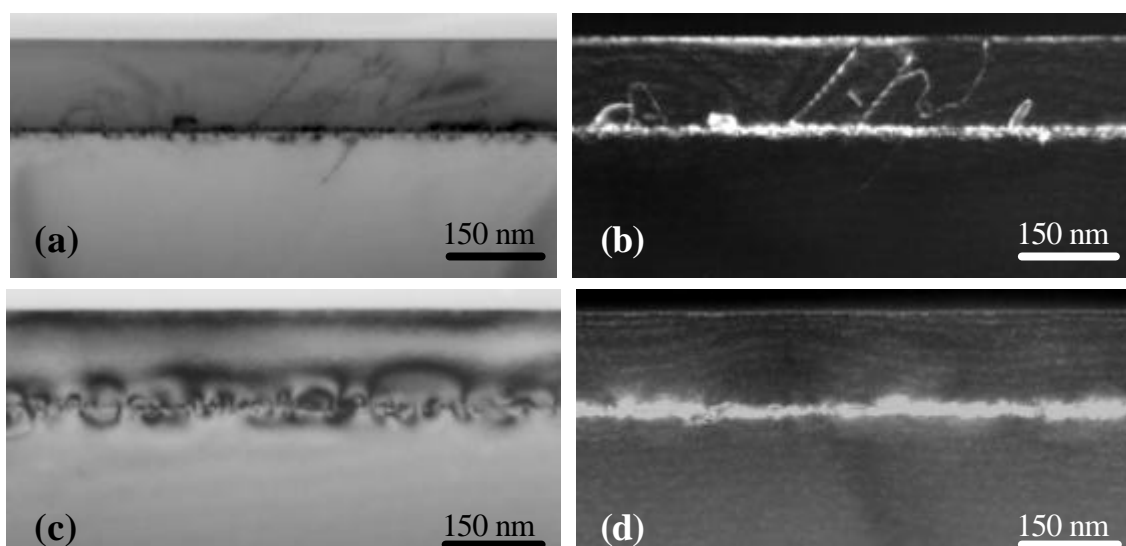


Fig. 6.9. Imagens X-TEM de campo claro (esquerda) e campo escuro (direita) de amostras de SiGe/Si implantadas com Si de 120 keV nas fluências de $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ (a, b) e $8,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ (c, d) e recozidas a 850°C por 600 segundos.

As imagens representam uma região com elevada densidade de defeitos. Existem também regiões onde não são observados defeitos (não mostrado). Uma situação com menos defeitos na camada de SiGe foi encontrada na amostra implantada com a fluência de $8,5 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ (figura 6.9(c) e (d)). Nesta amostra, a densa rede de discordâncias de *misfit* na interface SiGe-Si foi o único traço que pôde ser visualizado por X-TEM. Mesmo assim, através de uma análise quantitativa por PV-TEM determinamos que a camada de SiGe ainda possui uma densidade de discordâncias da ordem de $4 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$.

6.2 – Discussão

Os resultados dos experimentos serão discutidos em termos da formação de danos na estrutura cristalina da amostra SiGe/Si pela implantação de Si e da formação e evolução térmica de defeitos estendidos durante os recozimentos térmicos pós-implantação.

Danos gerados pela implantação

Conforme já mencionamos no capítulo 1, camadas de SiGe crescidas sobre substratos de Si já contendo defeitos produzidos, por exemplo, durante a deposição de uma camada superficial de Si [20, 21] ou gerados pela implantação de íons de Ar^+ [22] apresentam elevado grau de relaxação na situação como-depositada ou após tratamentos térmicos pós-deposição. O presente trabalho trata de uma situação diferente. As camadas de SiGe são depositadas epitaxialmente sem defeitos, porém com estrutura tetragonal devido ao tensionamento bi-axial. As implantações de Si^+ são realizadas através dessas camadas de SiGe e, devido a grande massa do íon, geram muitos danos tanto no substrato de Si como na própria camada de SiGe.

A comparação dos espectros de RBS/C das figuras 6.2 e 6.3 torna evidente que as camadas de SiGe são muito mais sensíveis a formação de danos de implantação em comparação a um alvo de Si cristalino puro. A formação de danos de implantação na camada de SiGe também depende fortemente da concentração de Ge. Esse efeito pode ser entendido pelo fato de que um átomo de Ge, ao ser deslocado da sua posição da

rede cristalina por um íon de Si, produz cascatas de colisões mais intensas do que outro átomo mais leve. A comparação dos espectros canalizados de amostras como-implantadas em temperatura ambiente também indica que o nível de danos introduzidos na camada de SiGe é muito superior nas implantações com íons pesados como o Si em comparação com a implantação de um íon leve como o He (veja as figuras 5.6 e 6.5). No capítulo 5 mostramos que os danos gerados por uma implantação de He podem alcançar níveis próximos da amorfização quando a implantação é realizada com a amostra de SiGe/Si mantida em temperatura de N₂ líquido (figura 5.15(a)). Naquele caso, os danos produzidos pela implantação de He na camada de SiGe apresentam níveis similares aos das implantações de Si. Contudo, apesar da alta densidade inicial de defeitos na camada de SiGe, durante recozimentos térmicos a 400 ou 850°C, verificamos que ocorre uma recristalização epitaxial sem que se detecte relaxação nas camadas de SiGe em amostras implantadas com He a energias E ≥ 65 keV. O resultado decorrente das implantações de He é muito diferente dos obtidos com a implantação de Si⁺ e recozidas a temperaturas ≥ 750°C. No caso das implantações de Si⁺, altos graus de relaxação foram determinados para as camadas de SiGe. Isso mostra que danos primários de implantação (i.e. defeitos pontuais) não são os fatores desencadeantes do processo de relaxação. Conforme discutiremos a seguir, a relaxação das camadas de SiGe não se deve aos danos primários de implantação, mas sim a um conjunto de fatores que permitem fazer com que os danos primários resultem na formação de defeitos estendidos, cuja evolução durante os recozimentos desencadeia o processo de relaxação.

Formação e evolução térmica de defeitos estendidos

O fato de danos de implantação afetarem os mecanismos de difusão de dopantes em Si (“*transient enhanced diffusion*”) originou diversos estudos sobre a evolução térmica de Si implantado com Si [42-46]. Mesmo considerando que todos os pares de Frenkel (par intersticial-vacância) gerados durante a implantação de Si possam novamente se recombinar durante o recozimento térmico da amostra, ainda existirá um excesso de átomos intersticiais de Si equivalente ao número total de átomos de Si introduzidos pela implantação. Em estágios iniciais de recozimento, para minimizar a

energia do cristal, esse excesso de átomos intersticiais de Si se organiza formando defeitos estendidos lineares, conhecidos por defeitos {311}. Conforme ilustram as imagens de TEM da figura 6.1, durante recozimentos térmicos mais longos, os defeitos {311} se dissolvem e anéis de discordância são nucleados. Li *et al.* [43] quantificou a densidade de átomos intersticiais de Si aprisionados em defeitos {311} e anéis de discordância em função do tempo de recozimento. Os resultados mostraram que todos os átomos intersticiais de Si de defeitos {311} que foram dissolvidos reaparecem em anéis de discordância, sendo conservado o número total de átomos intersticiais de Si.

Entretanto, conforme reportado por Crosby *et al.* [72], somente anéis de discordâncias são observados em camadas de SiGe com concentração de Ge $\geq 25\%$ implantadas com Si e recozidas termicamente. No SiGe defeitos {311} somente foram observados para camadas com concentração de Ge inferiores a 5%.

A figura 6.10 mostra o perfil simulado (TRIM) da distribuição dos átomos de Si decorrentes da implantação de Si^+ com energia de 180 keV incidindo numa amostra com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}$. A simulação indica que 15% dos átomos de Si ficam implantados na camada de SiGe, o que representa uma quantidade de $2,2 \times 10^{13}$ at. cm^{-2} para uma fluência de $1,5 \times 10^{14}$ cm^{-2} . Aparentemente esse número de átomos de Si implantados é suficiente para a nucleação de discordâncias. Contudo, o restante dos átomos implantados que se localizam no substrato de Si acarretam a formação de

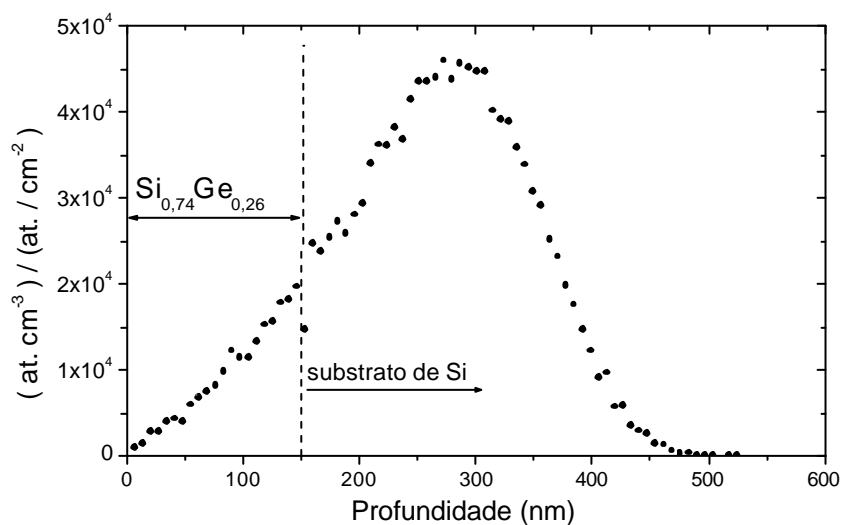


Fig. 6.10. Perfil de distribuição de íons de Si^+ de 180 keV de energia implantados numa amostra com 150 nm de $\text{Si}_{0,74}\text{Ge}_{0,26}/\text{Si}(100)$. O eixo vertical representa a razão entre a concentração final de Si (at. cm^{-3}) e a fluência de implantação (at. cm^{-2}).

defeitos {311}. Assim, para recozimentos a 750°C (caso das figuras 6.4(a) e 6.4(b)), obtêm-se defeitos {311} no substrato de Si e discordâncias na camada de SiGe.

Durante os recozimentos térmicos, os anéis de discordância na camada de SiGe estão sujeitos a uma força assimétrica fazendo com que um dos lados cresça em direção à superfície, e o outro lado em direção à interface formando um segmento de *misfit* e dois segmentos de TD's ("threading dislocations"). No entanto, os defeitos {311} formados no substrato de Si só começam a se transformar em anéis de discordância a temperaturas mais elevadas ($T > 800^\circ\text{C}$). Nessas temperaturas os anéis de discordância já podem se mover na direção da interface SiGe-Si, também contribuindo para a relaxação da camada de SiGe.

Entretanto, esse processo apresenta limitações. Caso a fluência de Si^+ seja muito alta pode ocorrer a amorfização de parte ou de toda a camada de SiGe, proporcionando relaxação mas com camadas de SiGe de baixa qualidade cristalina. Cabe ressaltar que este limite de fluência depende dos valores de concentração de Ge [71]. No presente trabalho foram utilizadas amostras contendo 26% de Ge, para as quais o limite de fluência de amorfização é aproximadamente de $2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$. No caso de implantações a 120 keV, fluências menores ou iguais a $7 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ não proporcionam altos graus de relaxação. Isso significa que existe um intervalo muito estreito de valores de fluência de implantação de Si^+ que pode ser explorado. Os valores de fluência também se mostraram dependentes da energia de implantação. Em geral, com o aumento da energia, é necessário aumentar a fluência. Os dois casos estudados foram considerando implantações de Si^+ com o máximo do perfil de concentração localizado na interface (caso de 120 keV) e $\approx 100 \text{ nm}$ abaixo da interface (caso de 180 keV). Para ambos os casos foram obtidos graus de relaxação da ordem de 77%, porém com densidades de defeitos ("threading dislocations") entre 4×10^7 a $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$, que ainda são valores relativamente altos para o crescimento de sSi de boa qualidade. Isso significa que o processo ainda deve ser otimizado. Contudo, a contribuição deste estudo foi o de caracterizar os limites de aplicação das implantações de Si^+ para induzir a relaxação das camadas pseudomórficas de SiGe.

6.3 – Conclusões

O estudo sistemático dos parâmetros de implantações de Si^+ em heteroestruturas pseudomórficas de SiGe/Si e dos parâmetros de recozimento térmico permitiu o esclarecimento de importantes aspectos relacionados com a relaxação das camadas de SiGe. Os resultados obtidos mostram que a implantação de Si introduz um alto nível de danos primários na camada de SiGe. Durante os recozimentos térmicos, tais danos de implantação são aniquilados via recombinação de pares intersticial-vacância, e o excesso de átomos intersticiais de Si provoca a formação de defeitos estendidos. No substrato de Si, inicialmente são formados defeitos $\{311\}$, que posteriormente se transformam em anéis de discordância. Na camada de SiGe o excesso de átomos de Si forma diretamente anéis de discordância. Os presentes resultados, comparados com os da implantação de He, mostram que o mecanismo através do qual se desencadeia o processo de relaxação das camadas de SiGe ocorre através da formação e migração de anéis de discordâncias para a interface SiGe-Si, onde então se formam discordâncias de *misfit* proporcionando a relaxação da camada de SiGe. A relaxação ocorre tanto devido a formação de anéis de discordância na camada de SiGe como no substrato de Si.

Capítulo 7

Conclusões e perspectivas

Ao longo dos últimos anos a implantação de He em materiais semicondutores tem recebido especial atenção devido ao surgimento de diversas aplicações na tecnologia de dispositivos eletrônicos. No presente trabalho usamos a implantação de íons de He^+ ou Si^+ e recozimentos térmicos para relaxar heteroestruturas pseudomórficas de $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ crescidas via deposição de vapor químico (CVD) sobre substratos de Si(100). Tais heteroestruturas podem ser usadas para o crescimento de Si tensionado, que é um material novo, altamente promissor para a produção de uma nova geração de dispositivos eletrônicos de mais alta performance e escala de integração com dimensões nanométricas. Frente a outros processos de produção de camadas relaxadas de SiGe, a principal vantagem do método investigado no presente trabalho é de que todos os procedimentos e técnicas aqui utilizadas são amplamente empregados na indústria microeletrônica. Portanto, trata-se de um tema de alto interesse tecnológico, em que estudos sistemáticos foram realizados visando compreender os mecanismos básicos envolvidos no processo de relaxação de camadas pseudomórficas de SiGe/Si. A caracterização das amostras foi realizada através das técnicas de espectroscopia de retroespalhamento Rutherford (RBS), RBS em direção canalizada, detecção de partículas por recuo elástico (ERD), microscopia eletrônica de transmissão (TEM) em geometria planar e seção-transversal e microscopia de força atômica (AFM).

As modificações introduzidas na microestrutura das amostras de SiGe/Si foram investigadas em função dos parâmetros das implantações de He^+ ou Si^+ , do tempo e da temperatura de recozimento e, também, das características das camadas de SiGe. Os resultados obtidos foram discutidos em termos de um modelo de relaxação que pressupõe a formação de discordâncias no Si e sua propagação para a interface,

desencadeando o processo de relaxação da camada de SiGe.

Nesse sentido, mostramos que tanto a implantação de He^+ como a de Si^+ resultam na nucleação de anéis de discordância no substrato de SiGe/Si durante recozimentos a altas temperaturas. A origem dessas discordâncias depende do tipo de íon implantado. No caso de implantações de He^+ , anéis de discordância são formados por átomos intersticiais de Si emitidos pelas bolhas de He. Já no caso de implantações de Si, as discordâncias são formadas pelo excesso de átomos de Si intersticial introduzidos pela implantação. Para cada íon, foram investigados os efeitos dos parâmetros de implantação e de tratamento térmico sobre as características da microestrutura.

No caso de implantações de He mostramos que, ao contrário do que sempre foi assumido, para energias menores que 40 keV ou alcances projetados inferiores a 400 nm, uma significativa fração de átomos de He implantados permeiam para fora das amostras ainda durante o processo de implantação. Esse efeito é tão intenso que, para uma energia de 10 keV, somente 10% dos átomos de He implantados ficam contidos no interior da amostra. Mostramos que a saída do He das amostras ocorre somente durante as implantações, e que o fenômeno se manifesta mesmo para implantações a temperaturas tão baixas como -200°C . Esses resultados foram explicados empiricamente em termos de um processo de difusão auxiliada por irradiação.

Numa segunda etapa estudamos as modificações que ocorrem na microestrutura de amostras de SiGe/Si implantadas com He seguida de tratamentos térmicos a altas temperaturas. Mostramos que, ao mesmo tempo em que os átomos de He permeiam para fora da amostra também ocorre a nucleação de bolhas de He localizadas numa profundidade próxima do alcance médio projetado da implantação. A morfologia do sistema de bolhas e a sua evolução térmica são dependentes da energia, da fluência e da temperatura de implantação, afetando tanto o processo de relaxação como a densidade final de defeitos (“threading dislocations”) na camada de SiGe. Essa dependência impôs vários limites ao método de relaxação via implantação de He. Os melhores resultados são obtidos quando ocorre a formação de bolhas planas superpressurizadas (i.e. com pressão interna de He superior as condições de equilíbrio térmico). Mediante o aumento da temperatura de recozimento, tais estruturas planas

evoluem para bolhas esféricas, causando a injeção de átomos intersticiais de Si na matriz, os quais formam anéis de discordância. Essa situação somente ocorre para implantações de He com fluências relativamente baixas e em temperatura ambiente. Mostramos, também, que a relaxação das camadas de SiGe começa a ocorrer na temperatura de recozimento de 600°C, e aumenta com o aumento da temperatura. Contudo, para recozimentos a temperaturas $T \geq 900^\circ\text{C}$, a relaxação também se dá através de discordâncias nucleadas na superfície, processo que afeta negativamente a qualidade cristalina das camadas de SiGe. Altas temperaturas de recozimento também criam problemas devido a oxidação da superfície. Camadas de SiGe com elevado grau de relaxação e baixa densidade de defeitos foram obtidas sempre que as bolhas de He são nucleadas numa camada bem definida localizada no substrato de Si a uma distância da interface da ordem da espessura da camada de SiGe. Implantações com energias mais baixas resultaram na formação de bolhas na interface Si-SiGe ou até mesmo dentro da camada de SiGe. Nessa situação, as bolhas bloqueiam o movimento das discordâncias, resultando em camadas de SiGe com alta densidade de defeitos. Por outro lado, implantações de mais alta energia acabam gerando anéis de discordâncias em profundidades nas quais os mesmos não são mais atraídos pelo tensionamento elástico na camada de SiGe, resultando assim num baixo grau de relaxação. Portanto, para garantir um alto grau de relaxação e baixa densidade de defeitos na camada de SiGe deve-se escolher a energia da implantação de He de acordo com a espessura da camada de SiGe.

A espessura e a concentração de Ge são de fundamental importância, pois determinam a quantidade de energia elástica acumulada na camada de SiGe. Camadas muito espessas apresentam elevado grau de relaxação mesmo em implantações com fluências abaixo do limite para formação de bolhas. Nesse caso as camadas de SiGe relaxam através da nucleação de discordâncias na superfície e apresentam baixa qualidade cristalina. No entanto, para camadas de SiGe com espessuras inferiores a 100 nm apenas são obtidos graus de relaxação $\leq 55\%$. A origem do decréscimo no grau de relaxação devido a redução da espessura da camada de SiGe pode estar associada com: *i*) a baixa energia elástica da camada de SiGe, insuficiente para atrair os anéis de discordância formados no substrato de Si, ou; *ii*) a baixa quantidade de He retida na

mostra implantada, problema que se torna mais crítico para baixas energias de implantação.

Finalmente, mostramos que camadas relaxadas de SiGe/Si também podem ser produzidas através de implantações de Si^+ seguida de recozimento térmico. Os resultados foram discutidos em termos da formação e evolução térmica de defeitos estendidos resultantes da aglomeração do excesso de átomos de Si introduzidos pela implantação. O grau de relaxação e a densidade de defeitos na camada de SiGe se mostraram muito sensíveis aos valores de fluência da implantação de Si^+ e de concentração de Ge. Esse fato foi relacionado com o elevado nível de danos gerados na camada de SiGe pela implantação de Si. Apesar disso, as implantações de Si^+ podem ser realizadas numa ampla faixa de energias, inclusive com alcances projetados localizados no interior da camada de SiGe, porém com um intervalo de valores de fluência bastante pequeno. Do ponto de vista tecnológico, a vantagem de se implantar Si em vez de He está no fato das fluências das implantações de Si serem duas ordens de grandeza menores do que as de He, reduzindo, portanto, o tempo ou o custo das implantações. Contudo, a qualidade cristalina das camadas de SiGe processadas com Si ainda é inferior as obtidas com implantações de He. Isso significa que o processo de relaxação via implantação de Si ainda deve ser otimizado.

Os resultados deste estudo mostraram distintos aspectos da formação de defeitos via implantação de He^+ e Si^+ em substratos de Si e de SiGe/Si. Em particular, foi feito um estudo detalhado sobre a formação e evolução térmica desses defeitos, procurando-se identificar os mecanismos envolvidos. Foi demonstrado que existem compromissos e/ou fatores limitantes para o processo de relaxação estrutural. Além disso, foram apresentados parâmetros de implantação, de tratamento térmico e de características de amostras que levam a obtenção de camadas de SiGe com alto grau de relaxação e densidade de defeitos suficientemente baixa para a confecção de dispositivos com canal de Si tensionado.

Por fim, o domínio do processo de relaxação bem como das técnicas de caracterização de substratos se apresentam como fatores promissores para o desenvolvimento de novas tecnologias. Entre as perspectivas de continuação deste

trabalho destacamos a produção de ilhas ou linhas de SiGe/Si através de processos de litografia e desbaste químico de camadas de SiGe/Si. Experimentos preliminares têm mostrado que ilhas de SiGe/Si com dimensões inferiores a $5 \times 5 \text{ } (\mu\text{m})^2$ apresentam grau de relaxação próximo de 100%. No caso de estruturas em forma de linhas, o grau de relaxação na direção perpendicular às linhas é muito superior àquele na direção paralela. Tais substratos resultam na formação de Si “triaxialmente” tensionado, ou seja, Si com mobilidade eletrônica anisotrópica no plano da camada. Outro tema de interesse nesta área é o estudo da transferência de camadas de sSi depositadas sobre substratos de SiGe/Si para substratos com SiO₂, de forma a produzir heteroestruturas sSi/SiO₂/Si, reunindo as vantagens do sSi com as de substratos tipo SOI (“*silicon on insulator*”). Por fim, também existe a possibilidade de expandir o uso deste método de relaxação estrutural para outros tipos de heteroestruturas epitaxiais tensionadas como, por exemplo, filmes ou ilhas de GaAs/Si e outros.

Referências

- [1] ABSTREITER, G.; BRUGGER, H.; WOLF, T.; JORKE, H.; HERZOG, H. J. Strain-induced two-dimensional electron gas in selectively doped Si/Si_kGe_{1-x} superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, Woodbury, v. 54, n. 22, p. 2441-2444, June 1985.
- [2] PAUL, D. J. Silicon-germanium strained layer materials in microelectronics. *Advanced Materials*, Berlin, v. 11, n. 3, p. 191-204, Feb. 1999.
- [3] MAITI, C. K.; CHAKRABARTI, N. B.; RAY, S. K. (Eds.). *Strained silicon heterostructures: materials and devices*. London: Institution of Electrical Engineers, 2001.
- [4] Van de WALLE, C. G.; MARTIN, R. M. Theoretical calculations of heterojunction discontinuities in the Si/Ge system. *Phys. Rev. B*, Woodbury, v. 34, n. 8, p. 5621-5634, Oct. 1986.
- [5] KASPER, E.; LYUTOVICH, K. (Eds.). *Properties of silicon germanium and SiGe: carbon*. London: INSPEC, 2000.
- [6] RIM, K.; ANDERSON, R.; BOYD, D.; CARDONE, F.; CHAN, K.; CHEN, H.; CHRISTANSEN, S.; CHU, J.; JENKINS, K.; KANARSKY, T.; KOESTER, S.; LEE, B. H.; LEE, K.; MAZZEO, V.; MOCUTA, A.; MOCUTA, D.; MOONEY, P. M.; OLDIGES, P.; OTT, J.; RONSHEIM, P.; ROY, R.; STEEGEN, A.; YANG, M.; ZHU, H.; IEONG, M.; WONG, H-S. P. Strained Si CMOS (SS CMOS) technology: opportunities and challenges. *Solid-State Electronics*, Lausanne, v. 47, n. 7, p. 1133-1139, July 2003.
- [7] HACKBARTH, T.; HERZOG, H. -J.; RINALDI, F.; SOARES, T.; HOLLÄNDER, B.; MANTL, S.; LUYSBERG, M.; FICHTNER, P. F. P. High frequency n-type MODFETs on ultra-thin virtual SiGe substrates. *Solid-State Electronics*, Lausanne, v. 47, n. 7, p. 1179-1182, July 2003.
- [8] MATTHEWS, J. W.; BLAKESLEE, A. E. Defects in epitaxial multilayers I. Misfit dislocations. *J. Cryst. Growth*, Amsterdam, v. 27, p. 118-125, Dec. 1974.
- [9] MATTHEWS, J. W.; BLAKESLEE, A. E. Defects in epitaxial multilayers II. Dislocation pile-ups, threading dislocations, slip lines and cracks. *J. Cryst. Growth*, Amsterdam, v. 29, n. 3, p. 273-280, July 1975.
- [10] BEAN, J. C.; FELDMAN, L. C.; FIORY, A. T.; NAKAHARA, S.; ROBINSON, I. K. Ge_xSi_{1-x}/Si strained-layer superlattice grown by molecular beam epitaxy. *J. Vac. Sci. Technol. A*, Woodbury, v. 2, n. 2, p. 436-440, Apr./June 1984.

- [11] HIRTH, J. P.; LOTHE, J. *Theory of dislocations*. New York: McGraw-Hill, 1968.
- [12] FITZGERALD, E. A. Dislocations in strained-layer epitaxy: theory, experiment, and applications. *Materials Science Reports*, Amsterdam, v. 7, n. 3, p. 87-142, Nov. 1991.
- [13] LeGOUES, F. K.; MEYERSON, B. S.; MORAR, J. F. Anomalous strain relaxation in SiGe thin films and superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, Woodbury, v. 66, n. 22, p. 2903-2906, June 1991.
- [14] FITZGERALD, E. A.; XIE, Y. -H.; GREEN, M. L.; BRASEN, D.; KORTAN, A. R.; MICHEL, J.; MII, Y. -J; WEIR, B. E. Totally relaxed $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ layers with low threading dislocation densities grown on Si substrates. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 59, n. 7, p. 811-813, Aug. 1991.
- [15] FITZGERALD, E. A.; XIE, Y. -H.; MONROE, D.; SILVERMAN, P. J.; KUO, J. M.; KORTAN, A. R.; THIEL, F. A.; WEIR, B. E. Relaxed $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ structures for III-V integration with Si and high mobility two-dimensional electron gases in Si. *J. Vac. Sci. Technol. B*, Woodbury, v. 10, n. 4, p. 1807-1819, July/Aug. 1992.
- [16] FITZGERALD, E. A.; CURRIE, M. T.; SAMAVEDAM, S. B.; LANGDO, T. A.; TARASCHI, G.; YANG, V.; LEITZ, C. W.; BULSARA, M. T. Dislocations in relaxed SiGe/Si heterostructures. *Phys. Stat. Sol. A*, Berlin, v. 171, n. 1, p. 227-238, Jan. 1999.
- [17] AGUILAR, M. E.; RODRIGUEZ M.; ZEROUNIAN, N.; ANIEL, F.; HACKBARTH, T.; HERZOG, H. -J.; KÖNIG, U.; MANTL, S.; HOLLÄNDER, B.; CHRASTINA, D.; ISELLA, G.; von KÄNEL, H.; LYUTOVICH, K.; OEHME, M. Strained Si HFETs for microwave applications: state-of-the-art and further approaches. *Solid-State Electronics*, Lausanne, v. 48, n. 8, p. 1443-1452, Aug. 2004.
- [18] BRUEL, M. Application of hydrogen ion beams to silicon on insulator material technology. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 108, n. 3, p. 313-319, Feb. 1996.
- [19] POWELL, A. R.; LYER, S. S.; LeGOUES, F. K. New approach to the growth of low dislocation relaxed SiGe material. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 64, n. 14, p. 1856-1858, Apr. 1994.
- [20] BAUER, M.; LYUTOVICH, K.; OEHME, M.; KASPER, E.; HERZOG, H. -J.; ERNST, F. Relaxed SiGe buffers with thicknesses below 0.1 μm . *Thin Solid Films*, Lausanne, v. 369, n. 1/2, p. 152-156, July 2000.

- [21] LINDER, K. K.; ZHANG, F. C.; RIEH, J. -S.; BHATTACHARYA, P.; HOUGHTON, D. Reduction of dislocation density in mismatched SiGe/Si using a low-temperature Si buffer layer. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v.70, n. 24, p. 3224-3226, June 1997.
- [22] SAWANO, K.; HIROSE, Y.; OZAWA, Y.; KOH, S.; YAMANAKA, J.; NAKAGAWA, K.; HATTORI, T.; SHIRAKI, Y. Enhancement of strain relaxation of SiGe thin layers by pre-ion-implantation into Si substrates. *Jpn. J. Appl. Phys.*, Tokyo, v. 42, n. 7A, p. L735-L737, July 2003.
- [23] HOLLÄNDER, B.; MANTL, S.; LIEDTKE, R.; MESTERS, S.; HERZOG, H. -J.; KIBBEL, H.; HACKBARTH, T. Enhanced strain relaxation of epitaxial SiGe layers on Si(100) after H⁺ ion implantation. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 148, n. 1/4, p. 200-205, Jan. 2001.
- [24] TRINKAUS, H.; HOLLÄNDER, B.; RONGEN, St.; MANTL, S.; HERZOG, H. -J.; KUCHENBECKER, J.; HACKBARTH, T. Strain relaxation mechanism for hydrogen-implanted Si_{1-x}Ge_x/Si(100) heterostructures. *Appl. Phys. Lett.*, Melville, v. 76, n. 24, p. 3552-3554, June 2000.
- [25] HOLLÄNDER, B.; LENK, St.; MANTL, S.; TRINKAUS, H.; KIRCH, D.; LUYSBERG, M.; HACKBARTH, T.; HERZOG, H. -J.; FICHTNER, P. F. P. Strain relaxation of pseudomorphic Si_{1-x}Ge_x/Si(100) heterostructures after hydrogen or helium ion implantation for virtual substrate fabrication. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 175/177, p. 357-367, Apr. 2001.
- [26] LUYSBERG, M.; KIRCH, D.; TRINKAUS, H.; HOLLÄNDER, B.; LENK, St.; MANTL, S.; HERZOG, H. -J.; HACKBARTH, T.; FICHTNER, P. F. P. Effect of helium ion implantation and annealing on the relaxation behavior of pseudomorphic Si_{1-x}Ge_x buffer layers on Si(100) substrates. *J. Appl. Phys.*, Melville, v. 92, n. 8, p. 4290-4295, Oct. 2002.
- [27] CHRISTIANSEN, S. H.; MOONEY, P. M.; CHU, J. O.; GRIL, A. Strain relaxation mechanisms in He⁺-implanted and annealed Si_{1-x}Ge_x layers on Si(001) substrates. In: EN, W. G. et al. (Eds.). *Materials issues in novel Si-based technology*. Warrendale: Materials Research Society, 2002. A1.6 6p. (MRS symposium proceedings, v. 686).
- [28] CAI, J.; MOONEY, P. M.; CHRISTIANSEN, S. H.; CHEN, H.; CHU, J. O.; OTT, J. A. Strain relaxation and threading dislocation density in helium-implanted and annealed Si_{1-x}Ge_x/Si(100) heterostructures. *J. Appl. Phys.*, Melville, v. 95, n. 10, p. 5347-5351, May 2004.
- [29] FICHTNER, P. F. P.; KASCHNY, J. R.; YANKOV, R. A.; MÜCKLICH, A.; KREIßIG,

- U.; SKORUPA, W. Overpressurized bubbles versus voids formed in helium implanted and annealed silicon. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 70, n. 6, p. 732-734, Feb. 1997.
- [30] SCHWARZ, K. W. Discrete dislocation dynamics study of strained-layer relaxation. *Phys. Rev. Lett.*, Melville, v. 91, n. 14, 145503 4p., Oct. 2003.
- [31] FICHTNER, P. F. P.; KASCHNY, J. R.; KLING, A.; TRINKAUS, H.; YANKOV, R. A.; MÜCKLICH, A.; SKORUPA, W.; ZAWISLAK, F. C.; AMARAL, L.; SILVA, M. F. da; SOARES, J. C. Nucleation and growth of platelet bubble structures in He implanted silicon. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 136/138, p. 460-464, Mar. 1998.
- [32] HUEGING, N.; LUYSBERG, M.; URBAN, K.; BUCA, D.; MANTL, S. Evolution of the defect structure in helium implanted SiGe/Si heterostructures investigated by in situ annealing in a transmission electron microscope. *Appl. Phys. Lett.*, Melville, v. 86, n. 4, 042112 3p., Jan. 2005.
- [33] ZIEGLER, J. F. *Handbook of ion implantation technology*. Amsterdam: North-Holland, 1992.
- [34] ZIEGLER, J. F.; BIRSACK, J. P.; LITTMARK, U. *The stopping and range of ions in solids*. New York: Pergamon, 1985.
- [35] BEHAR, M.; FICHTNER, P. F. P.; GRANDE, P. L.; ZAWISLAK, F. C. Ranges in Si and lighter mono and multi-element targets. *Materials Science and Engineering R: reports*, Lausanne, v. R15, n. 1/2, p. 1-83, July 1995.
- [36] SILVA, D. L. da *Formação e estabilidade térmica de nanocavidades produzidas pela implantação de He em Si*. 2004. 140f. Tese (Doutorado em Ciências) – Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2004.
- [37] BRUSA, R. S.; KARWASZ, G. P.; TIENGO, N.; ZECCA, A.; CORNI, F.; CALZOLARI, G.; NOBILI, C. He-implantation induced defects in Si studied by slow positron annihilation spectroscopy. *J. Appl. Phys.*, Melville, v. 85, n. 4, p. 2390-2397, Feb. 1999.
- [38] FICHTNER, P. F. P.; KASCHNY, J. R.; BEHAR, M.; YANKOV, R. A.; MÜCKLICH, A.; SKORUPA, W. The effects of the annealing temperature on the formation of helium-filled structures in silicon. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 148, n. 1/4, p. 329-333, Jan. 1999.
- [39] FICHTNER, P. F. P.; PEEVA, A.; BEHAR, M.; AZEVEDO, G. de M.; MALTEZ, R. L.; KOEGLER, R.; SKORUPA, W. He –induced cavity formation in silicon upon high-

- temperature implantation. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 161/163, p. 1038-1042, Mar. 2000.
- [40] HUEGING, N.; TILLMANN, K.; LUYSBERG, M.; TRINKAUS, H.; URBAN, K. Quantitative TEM analysis of structural defects in helium implanted silicon. In: MIDGLEY, A. G. (Ed.). *Microscopy of semiconducting materials*. Bristol: Institute of Physics Publishing, 2003. p 373-378. (Institute of Physics conference series, v. 180).
- [41] FOLLSTAEDT, D. M.; MYERS, S. M.; LEE, S. R. Cavity-dislocation interactions in Si-Ge and implications for heterostructure relaxation. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 69, n. 14, p. 2059-2061, Sept. 1996.
- [42] STOLK, P. A.; GOSSMANN, H. -J.; EAGLESHAM, D. J.; JACOBSON, D. C.; RAFFERTY, C. S.; GILMER, G. H.; JARAIZ, M.; POATE, J. M.; LUFTMAN, H. S.; HAYNES, T. E. Physical mechanisms of transient enhanced dopant diffusion in ion-implanted silicon. *J. Appl. Phys.*, Woodbury, v. 81, n. 9, p. 6031-6050, May 1997.
- [43] LI, J.; JONES, K. S. {311} defects in silicon: the source of the loops. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 73, n. 25, p. 3748-3750, Dec. 1998.
- [44] RAMAN, R.; LAW, M. E.; KRISHNAMOORTHY, V.; JONES, K. S. Effect of the end-of-range loop layer depth on the evolution of {311} defects. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 74, n. 5, p. 700-702, Feb. 1999.
- [45] COLOMBEAU, B.; COWERN, N. E. B.; CRISTIANO, F.; CALVO, P.; CHERKASHIN, N.; LAMRANI, Y.; CLAVERIE, A. Time evolution of the depth profile of {113} defects during transient enhanced diffusion in silicon. *Appl. Phys. Lett.*, Melville, v. 83, n. 10, p. 1953-1955, Sept. 2003.
- [46] CLAVERIE, A.; COLOMBEAU, B.; De MAUDUIT, B.; BONAFOS, C.; HEBRAS, X.; ASSAYAG, G. B.; CRISTIANO, F. Extended defects in shallow implants. *Appl. Phys. A*, New York, v. 76, n. 7, p. 1025-1033, May 2003.
- [47] SCHUEGRAF, K. K. *Handbook of thin-film deposition processes and techniques*. Park Ridge: Noyes Publications, 1988.
- [48] CHU, W. K.; MAYER, J. W.; NICOLET, M. A. *Backscattering spectrometry*. New York: Academic Press, 1978.
- [49] TESMER, J. R.; NASTASI, M. *Handbook of modern ion beam materials analysis*. Pittsburgh: Materials Research Society, 1995.
- [50] KNOLL, G. F. *Radiation detection and measurement*. 2.ed. New York: John Wiley, 1989.
- [51] DOOLITTLE, L. R. Algorithms for the rapid simulation of Rutherford backscattering

- spectra. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 9, n. 3, p. 344-351, June 1985.
- [52] BRANDT, W. Channeling in crystals. *Scientific American*, New York, v. 218, n. 3, p. 90-98, Mar. 1968.
- [53] FELDMAN, L. C.; MAYER, J. W.; PICRAUX, S. T. *Materials analysis by ion channeling: submicron crystallography*. New York: Academic Press, 1982.
- [54] HOLLÄNDER, B.; HEER, H.; WAGENER, M.; HALLING, H.; MANTL, S. New high-precision 5-axes RBS/channeling goniometer for ion beam analysis of 150 mm Ø wafers. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 161/163, p. 227-230, Mar. 2000.
- [55] WILLIAMS, D. B.; CARTER, C. B. *Transmission electron microscopy*. New York: Plenum Press, 1996. 4v.
- [56] HIRSCH, P.; HOWIE, A.; NICHOLSON, R. B.; PASHLEY, D. W.; WHELAN, M. J. *Electron microscopy of thin crystals*. New York: Robert E. Krieger, 1997.
- [57] JENKINS, M. L.; KIRK, M. A. *Characterization of radiation damage by transmission electron microscopy*. London: Institute of Physics Publishing, 2001.
- [58] SILVA, D. L. da; MÖRSCHBÄCHER, M. J.; FICHTNER, P. F. P.; OLIVIERO, E.; BEHAR, M. Formation of bubbles and extended defects in He implanted (100)Si at elevated temperatures. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 219/220, p. 713-717, June 2004.
- [59] van VEEN, A.; SCHUT, H.; HAKVOORT, R. A.; FEDOROV, A.; WESTERDUIN, K. T. Helium and hydrogen induced growth of microcavities in silicon: application to gas and impurity collection. In: ROBERTSON, I. M. et al. (Eds.). *Microstructure of irradiated materials*. Warrendale: Materials Research Society, 1995. p. 499-504. (MRS symposium proceedings, v. 373).
- [60] JUNG, P. Diffusion of implanted helium in Si and SiO₂. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 91, n. 1/4, p. 362-365, June 1994.
- [61] CORNI, F.; NOBILI, F.; OTTAVIANI, G.; TONINI, R., CALZOLARI, G.; CEROFOLINI, G. F.; QUEIROLO, G. Helium in silicon: thermal-desorption investigation of bubble precursors. *Phys. Rev. B*, Woodbury, v. 56, n. 12, p. 7331-7338, Sept. 1997.
- [62] GRIFFIOEN, C. C.; EVANS, J. H.; De JONG, P. C.; van VEEN, A. Helium desorption / permeation from bubbles in silicon: a novel method of void production. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 27, n. 3, p. 417-420, July 1987.

- [63] RAINERI, V.; COFFA, S.; SZILÁGYI, E.; GYULAI, J.; RIMINI, E. He-vacancy interactions in Si and their influence on bubble formation and evolution. *Phys. Rev. B*, Melville, v. 61, n. 2, p. 937-945, Jan. 2000.
- [64] BUCA, D.; MÖRSCHBÄCHER, M. J.; HOLLÄNDER, B.; LUYSBERG, M.; LOO, R.; CAYMAX, M.; MANTL, S. The use of ion implantation and annealing for the fabrication of strained silicon on thin SiGe virtual substrates. In: CAYMAX, M. et al. (Eds.). *High-mobility group-IV materials and devices*. Warrendale: Materials Research Society, 2004. p. 15-25. (MRS symposium proceedings, v. 809).
- [65] BUGIEL, E.; ZAUMSEIL, P. Independent determination of composition and relaxation of partly pseudomorphically grown Si-Ge layers on silicon by a combination of standard x-ray diffraction and transmission electron microscopy measurements. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 62, n. 17, p. 2051-2053, Apr. 1993.
- [66] MÖRSCHBÄCHER, M. J.; SILVA, D. L. da; FICHTNER, P. F. P.; OLIVIERO, E.; BEHAR, M.; ZAWISLAK, F. C.; HOLLÄNDER, B.; LUYSBERG, M.; MANTL, S.; LOO, R.; CAYMAX, M. Microstructure evolution effects of helium redistribution in as-implanted silicon and Si_{0.8}Ge_{0.2}/Si heterostructures. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 219/220, p. 703-707, June 2004.
- [67] HOUGHTON, D. C. Nucleation rate and glide velocity of misfit dislocations in Si_{1-x}Ge_x/(100) Si heterostructures. *Appl. Phys. Lett.*, Woodbury, v. 57, n. 20, p. 2124-2126, Nov. 1990.
- [68] CAI, J.; MOONEY, P. M.; CHRISTIANSEN, S. H.; CHEN, H.; CHU, J. O.; OTT, J. A. Strain relaxation and threading dislocation density in helium-implanted and annealed Si_{1-x}Ge_x/Si(100) heterostructures. *J. Appl. Phys.*, Melville, v. 95, n. 10, p. 5347-5351, May 2004.
- [69] MANTL, S.; HOLLÄNDER, B.; JÄGER, W.; KABUS, B.; JORKE, H. J.; KASPER, E. Ion implantation in Si/Si_{1-x}Ge_x epitaxial layers and superlattices. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 39, n. 1/4, p. 405-408, Mar. 1989.
- [70] SILVA, D. L. da; FICHTNER, P. F. P.; PEEVA, A.; BEHAR, M.; KOEGLER, R.; SKORUPA, W. The effects of implantation temperature on He bubble formation in silicon. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, Amsterdam, v. 175/177, p. 335-339, Apr. 2001.
- [71] HOLLÄNDER, B.; BUCA, D.; MÖRSCHBÄCHER, M.; LENK, St.; MANTL, S.; HERZOG, H. -J.; HACKBARTH, Th.; LOO, R.; CAYMAX, M.; FICHTNER, P. F. P.

Strain relaxation of pseudomorphic $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}(100)$ heterostructures after Si^+ ion implantation. *J. Appl. Phys.*, Melville, v. 96, n. 3, p. 1745-1747, Aug. 2004.

[72] CROSBY, R. T.; JONES, K. S.; LAW, M. E.; LARSEN, A. N.; HANSEN, J. L. {311} defect evolution in Si-implanted $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ alloys. *Materials Science in Semiconductor Processing*, Oxford, v. 6, n. 4, p. 205-208, Aug. 2003.

Publicações em periódicos

1. Mörschbacher, M.J.; da Silva, D.L.; Fichtner, P.F.P.; Oliviero, E.; Behar, M., Zawislak, F.C.; Holländer, B.; Luysberg, M.; Mantl, S.; Loo, R.; Caymax, M. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, v. 219-220, p. 703-707, June 2004.
2. da Silva, D.L.; Mörschbacher, M.J.; Fichtner, P.F.P.; Oliviero, E.; Behar, M. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, v. 219-220, p. 713-717, June 2004.
3. Buca, D.; Mörschbacher, M.J.; Holländer, B.; Luysberg, M.; Loo, R.; Caymax, M.; Mantl, S. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, v 809, p. 15-25, 2004.
4. Holländer, B.; Buca, D.; Mörschbacher, M.J.; Lenk, St.; Mantl, S.; Herzog, H.-J.; Hackbarth, Th.; Loo, R.; Caymax, M.; Fichtner, P.F.P. *J. Appl. Phys.*, v. 96, n. 3, p. 1745-1747, 2004.

Trabalhos em Conferências

1. M.J. Mörschbacher, P.F.P. Fichtner, B. Holländer, M. Luysberg, S. Mantl, R. Loo, M. Caymax; *Materials Research Society Spring Meeting*, San Francisco, 2004.
2. M. Luysberg, N. Hueging, K. Urban, St. Lenk, D. Buca, M.J. Mörschbacher, B. Holländer, S. Mantl, P. F. P. Fichtner, R. Loo, M. Caymax; *Materials Research Society Spring Meeting*, San Francisco, 2004.
3. M.J. Mörschbacher, D.L. da Silva, P.F.P. Fichtner, E. Oliviero, M. Behar, F.C. Zawislak, B. Hollander, M. Luysberg, S. Mantl; *XIX Congresso da Soc. Bras. de Microscopia e Microanálise*, Caxambu, 2003.
4. M.J. Mörschbacher, D.L. da Silva, P.F.P. Fichtner, E. Oliviero, M. Behar, F.C. Zawislak, B. Hollander, M. Luysberg, S. Mantl; *16th International Conference on Ion Beam Analysis*, Albuquerque 2003, 2003.
5. D.L. da Silva, M.J. Mörschbacher, P.F.P. Fichtner, E. Oliviero, M. Behar; *16th International Conference on Ion Beam Analysis*, Albuquerque, 2003.
6. M.J. Mörschbacher, P.F.P. Fichtner, M. Behar, F.C. Zawislak, M. Luysberg, B. Hollander, S. Mantl, H. Herzog, T. Hackbarth; *Workshop on Surface Science: Structural and Electronic Properties of Nanodeposits*, Porto Alegre, 2003.
7. M.J. Mörschbacher, P.F.P. Fichtner, M. Behar, F.C. Zawislak, M. Luysberg, B. Hollander, S. Mantl, H. Herzog, T. Hackbarth; *Evento de Microscopia e Microanálise no Mercosul - MICROMAT 2002*, Curitiba, 2002.

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)