



**Paula Galvão Caldas**

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

**Dissertação de Mestrado**

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

Orientador: Rodrigo Prioli Menezes

Rio de Janeiro  
Junho de 2011



**Paula Galvão Caldas**

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

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

**Prof. Rodrigo Prioli Menezes**

Orientador  
Departamento de Física - PUC-Rio

**Prof. Maurício Pamplona Pires**

UFRJ

**Prof. Sidnei Paciornik**

Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio

**Profa. Renata Antoun Simão**

COPPE - UFRJ

**Prof. José Eugenio Leal**

Coordenador Setorial do Centro  
Técnico Científico - PUC-Rio

Rio de Janeiro, 17 de junho de 2011

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

**Paula Galvão Caldas**

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

Ficha Catalográfica

Caldas, Paula Galvão

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

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

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

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

CDD: 530

Ao meu pai Luiz Sérgio

## **Agradecimentos**

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

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

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

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

Ao CNPq e à PUC-Rio pelos auxílios concedidos.

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

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

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

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

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

À Deus, sempre presente.

## Resumo

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

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

## Palavras-chave

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

## Abstract

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

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

## Keywords

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

# Sumário

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

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

## Lista de figuras

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

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

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

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

56

Figura 5.5 - Perfis de altura obtidos com o uso do AFM de regiões do padrão de riscos feitos ao longo da direção  $\langle 110 \rangle$  com distâncias entre dois riscos consecutivos de (a) 40 nm e (b) 120 nm, mostrando as profundidades relativas dos dois conjuntos de riscos.

57

Figura 5.6 - (a) Imagem de MET de riscos feitos ao longo da direção  $\langle 110 \rangle$  mostrando uma configuração tipo borboleta, que ocorre quando a rede é rotacionada na direção do avanço do risco. Uma camada protetora de platina/ouro foi depositada na preparação das amostras para o TEM e melhora a morfologia dos riscos nessa imagem. (b) Imagem de MET de riscos ao longo da direção  $\langle 100 \rangle$  mostrando loops de discordâncias que podem ser mais bem visualizados na imagem magnificada (c). Um diagrama esquemático mostrando a posição dos riscos e a distribuição das discordâncias é visto em (d). As imagens foram feitas usando a condição de difração  $g = (220)$  que aumenta o contraste das discordâncias.

59

Figura 5.7 - Resistência ao risco  $H_S$  do InP (100) em função da distância entre riscos subseqüentes, para riscos feitos ao longo das direções  $\langle 100 \rangle$  e  $\langle 110 \rangle$  com uma força normal de  $30\mu\text{N}$ .

60