

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

**Medida de Corrente Induzida por Feixe de Elétrons em  
Semicondutores**

Camila Faccini de Lima

Trabalho de Conclusão de Curso elaborado sob orientação do Professor Marcos Antonio Zen Vasconcellos para obtenção do título de Bacharel em Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Porto Alegre  
Novembro de 2015

# Agradecimentos

Aos meus irmãos Clarissa e Gabriel, por me mostrarem sempre o lado colorido de tudo. Pela Arte, pela Música, pelo contraste ao exato, e por me mostrarem que esse contraste não é assim tão grande, afinal. Acima de tudo, pelo carinho, amor e amizade.

Aos meus pais, que não mediram esforços para que eu pudesse chegar aqui, e que me apoiaram incondicionalmente na minha escolha de profissão. Obrigada por estarem sempre ao meu lado e por me ensinarem que tem sempre um caminho para resolver qualquer problema. Pelo entusiasmo, pelas conversas e discussões e por todos os ensinamentos que me fizeram quem eu sou hoje.

Ao Juliano, por acreditar em mim mais do que eu mesma acredito.

Ao meu orientador, Marcos, pela oportunidade e por ter me apresentado o tema dessa monografia. Obrigada por toda ajuda ao longo desse projeto, pela paciência, compreensão e por acreditar no meu potencial.

Ao Júlio Schoffen, pela ajuda e paciência nesses anos de LCN. À Ana, pelo incentivo, apoio e por me apresentar ao meu orientador. Obrigada pelas dicas e pelo companheirismo.

Em especial, ao professor Henry Boudinov, pela cessão do silício tipo n utilizado para a produção das amostras analisadas neste trabalho, e ao CEITEC, pelo circuito integrado.

# Resumo

A presente monografia tem como objetivo principal realizar os procedimentos iniciais para a operacionalização do sistema de medição de corrente induzida por feixe de elétrons (EBIC - do inglês *electron beam induced current*), recentemente instalado no equipamento de duplo feixe JEOL JIB 4500 do Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN) do Instituto de Física da UFRGS.

O texto apresenta uma breve revisão da física de semicondutores e dos princípios da microscopia eletrônica de varredura. São apresentados os fundamentos da técnica EBIC e os seus modos de medida e operação.

Para exemplificar o tipo de resultados obtidos com esta técnica, amostras de silício foram implantadas com íons de gálio em diferentes energias para a formação de junções p-n, utilizando o feixe de íons do sistema de duplo feixe do LCN. As amostras foram caracterizadas com a técnica de espectroscopia por dispersão em energia (EDS - do inglês *energy dispersion spectroscopy*). As imagens de microscopia no modo EBIC das amostras implantadas apresentam contrastes associados à presença de defeitos induzidos pela irradiação. Medidas utilizando feixe de elétrons com energia variável indicam o potencial da técnica para quantificar a profundidade em que junções p-n estão localizadas.

# Abstract

The present monography aims at performing the inicial procedures to put in operation the electron beam induced-current (EBIC) system, recently installed in the dual beam equipment JEOL JIB 4500 of the Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN), from the Insituto de Física - UFRGS.

A brief review of semiconductor physics and scanning electron microscopy is made. The foundations of the EBIC technique, methods of measurement and equipment operation are presented.

In order to exemplify the kind of result that may be obtained with this technique, silicon samples implanted with Gallium ions with different energies were produced in the dual beam system to generate p-n junctions in different depths. The samples were characterized with energy dispersive spectroscopy (EDS). The EBIC measurements of the implanted samples show contrast associated with the presence of defects induced by irradiation. Measurements using variable electron beam energy indicate the potential of the technique to quantify the depth of the p-n junctions.

# Sumário

<b>1. Introdução</b>	1
<b>2. Estado da Arte</b>	4
2.1 Materiais Semicondutores	4
2.1.1 Semicondutores extrínsecos	5
2.1.2 Densidade de portadores no equilíbrio térmico	6
2.1.3 Transporte de portadores de carga	8
2.1.4 Junção p-n	10
2.1.5 Transporte de portadores de carga fora do equilíbrio	10
2.2 Microscópio Eletrônico de Varredura	13
2.2.1 Geração do Feixe de Elétrons	13
2.2.2 Interação do feixe com a amostra	15
2.2.3 Volume de interação	15
2.2.4 Função de geração	17
2.3 A Técnica de EBIC	18
2.3.1 Fundamentos	18
2.3.2 Aplicações	21
<b>3. Materiais e Métodos</b>	24
3.1 Materiais	24
3.2 Métodos	24
3.2.1 Equipamento	24
3.2.2 Feixe de Íons Focalizado	24
3.2.3 Sistema nano manipulador - software de controle	27
3.2.4 Sistema EBIC - software de controle	27

---

<b>4. Resultados e Discussões</b> . . . . .	29
4.1 Caracterização EDS das amostras implantadas . . . . .	30
4.2 Quantificação do sinal EBIC . . . . .	32
4.3 Medidas de EBIC com energia de feixe de elétrons variável . . . . .	35
4.4 Circuito Integrado . . . . .	38
<b>5. Conclusões e Perspectivas</b> . . . . .	41
<b>Referências Bibliográficas</b> . . . . .	43



## Capítulo 1

# Introdução

A técnica de corrente induzida por feixe de elétrons - EBIC (do inglês *electron beam-induced current*) permite medidas diretas de várias propriedades elétricas em materiais semicondutores, como por exemplo a localização e a caracterização da zona de depleção em uma junção p-n.

O processo de coleta de carga em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), que posteriormente levou ao desenvolvimento da técnica EBIC, foi primeiramente percebido por Everhart em 1958, como um caso especial do efeito de "condutividade por bombardeamento", em que diferentes tipos de radiação ionizante são utilizados para gerar portadores de carga móveis em um material. Na técnica EBIC, o feixe de elétrons atua como radiação ionizante.

No MEV, um feixe de elétrons focalizado varre a amostra. Como resultado da interação dos elétrons do feixe com os átomos da amostra vários fenômenos físicos podem ocorrer, tais como a emissão de elétrons retro espalhados, elétrons secundários, raios X, corrente absorvida ou induzida na amostra e catodoluminescência.

Para medir a corrente elétrica induzida na amostra pela irradiação com o feixe de elétrons no material, utilizam-se dois contatos elétricos - uma ponteira (ou nano ponteira) conectada na superfície da amostra e outro contato conectado no terra do sistema. Os elétrons primários, provenientes do feixe, interagem com os elétrons do material gerando pares elétron-buraco na zona de interação (para de ionização). Esses portadores de carga em geral difundem pela amostra até que o excesso de carga seja eliminado. Porém, se estiverem sujeitos a um campo elétrico, os portadores de carga cessam o movimento puramente difusivo e entram em movimento de deriva orientados pelo campo - que pode ser gerado internamente por uma junção p-n, por exemplo, ou mesmo por um campo externo aplicado. Esse movimento dos portadores de carga gera uma corrente induzida na amostra,



que pode ser medida, amplificada e analisada.

O foco da técnica EBIC é em relação aos portadores minoritários – elétrons nas camadas tipo-p e buracos nas camadas tipo-n. Se o comprimento de difusão dos portadores minoritários gerados é suficientemente grande eles podem se difundir até a junção p-n, produzindo uma corrente induzida pelo feixe de elétrons, que pode ser medida externamente na amostra.

Utilizando um sistema de detecção adequado, a corrente induzida pode ser medida sincronamente com a modificação da posição do feixe de elétrons durante sua varredura na amostra, o que permite mapear espacialmente a corrente induzida na amostra. Na presença de contornos de grão ou deslocamentos na amostra, a recombinação causada por defeitos produzirá menos corrente coletada e será formada uma imagem mais escura nestas regiões. Aplicando diferentes energias de aceleração do feixe de elétrons, profundidades variadas do material podem ser amostradas para determinar as propriedades de transporte dos portadores minoritários nestas regiões, utilizando modelos propostos na literatura para este fim.

As principais aplicações da técnica EBIC são na caracterização de defeitos, deslocamentos e recombinações em semicondutores (Si; compostos III-V – GaAs, InSb, GaP, etc) e recombinações em contornos de grão de células solares, mapeamento da resistividade em amostras de silício, imageamento de danos induzidos por irradiação, controle de qualidade em conexões de *chips*, entre outras aplicações.

O sistema EBIC utilizado neste trabalho foi recentemente instalado no equipamento de duplo feixe do Laboratório de Conformação Nanométrica do Instituto de Física da UFRGS, modelo JIB 4500 da empresa Jeol. O acessório EBIC está acoplado ao nano manipulador AutoProbe 200 da Empresa Omniprobe. Tendo em vista que se trata de laboratório institucional e multiusuário, este trabalho tem como objetivos principais iniciar os procedimentos para a operacionalização do sistema EBIC, realizar a revisão dos princípios físicos da técnica e preparar um conjunto de amostras para exemplificar o uso da técnica. Para atingir estes objetivos, foi necessário realizar algumas etapas prévias, tais como o treinamento para a operação do MEV, do sistema de feixe de íons focalizados (FIB, do inglês *focused ion beam*) e do sistema nano manipulador.

Esta monografia de conclusão de curso está organizada da seguinte forma: após esta breve introdução, são apresentados os capítulos de revisão da literatura, de materiais e métodos, resultados preliminares e considerações finais e perspectivas.

A revisão da literatura é apresentada no capítulo 2 e resume três temas importantes para a aplicação da técnica EBIC:

- Propriedades de transporte de semicondutores;
- Fundamentos da interação do feixe de elétrons com a matéria - uma vez que o microscópio eletrônico de varredura é a técnica utilizada para a geração da corrente elétrica a ser medida;
- Princípios da técnica EBIC.

Os procedimentos de preparação e caracterização das amostras e os métodos experimentais das medidas de EBIC estão detalhados no capítulo 3. Os resultados experimentais são apresentados e discutidos no capítulo 4. No capítulo 5 são exibidas as considerações finais sobre os tópicos abordados no trabalho e as propostas de continuidade. Ao final são relacionadas as referências utilizadas nesta monografia.

## Capítulo 2

# Estado da Arte

Neste capítulo será feita uma breve introdução a alguns conceitos relevantes à técnica de EBIC, abrangendo tópicos de física de semicondutores. Em especial, serão abordadas a densidade de portadores de carga e equações de transporte, fundamentais para o entendimento da interação do feixe de elétrons com a amostra, permitindo a definição de parâmetros como o comprimento de difusão de portadores de carga na amostra. Tais conceitos possibilitam a compreensão dos processos físicos que dão origem à corrente induzida por feixe de elétrons. Essa revisão foi elaborada com base em livros texto [1, 2, 3, 4] e artigos [5, 6] de referência para a área.

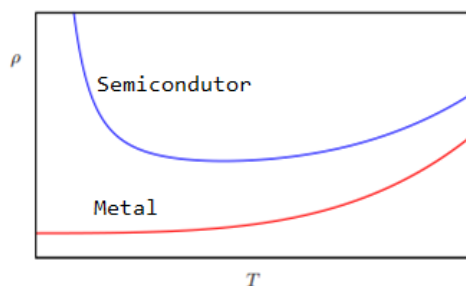
### 2.1 Materiais Semicondutores

Semicondutores apresentam estrutura de bandas similar à de um isolante, sendo caracterizados por uma banda de valência completamente preenchida e uma banda de condução vazia a  $T=0K$ . Essas duas bandas são separadas por um *gap* de energia  $E_g$  pequeno, da ordem de 2 eV.

Quando um elétron ( $e^-$ ) é promovido da banda de valência para a de condução, ele deixa um estado não ocupado na banda de valência, geralmente denominado buraco ou lacuna ( $h^+$ ). O transporte de carga pode ser tratado de forma equivalente como sendo realizado por elétrons ou por lacunas.

As características de um semicondutor dependem diretamente do valor do *gap*, que deve ser suficientemente pequeno para permitir a promoção de elétrons da banda de valência para a de condução por absorção de luz (fotocondutividade) e por promoção térmica. De fato, o número de portadores na banda de condução de um semicondutor intrínseco aumenta de forma exponencial com a temperatura.

Por exemplo, a condutividade elétrica  $\sigma$ , pelo modelo de elétrons livres, é dada por  $\sigma = \frac{ne^2\tau}{m^*}$  (onde  $n$  é a densidade de portadores,  $\tau$  é o tempo de relaxação e  $m^*$  é a massa efetiva). Em metais, a densidade de portadores de carga é constante, e o aumento da resistividade  $\rho = 1/\sigma$  é essencialmente devido à contribuição de fônons. Já em semicondutores,  $n$  depende fortemente da temperatura e com isso a resistividade tem grande variação. Esse comportamento é ilustrado na Figura 2.1.



**Fig. 2.1:** Comportamento da resistividade elétrica  $\rho$  para metais e semicondutores em função da temperatura  $T$ .

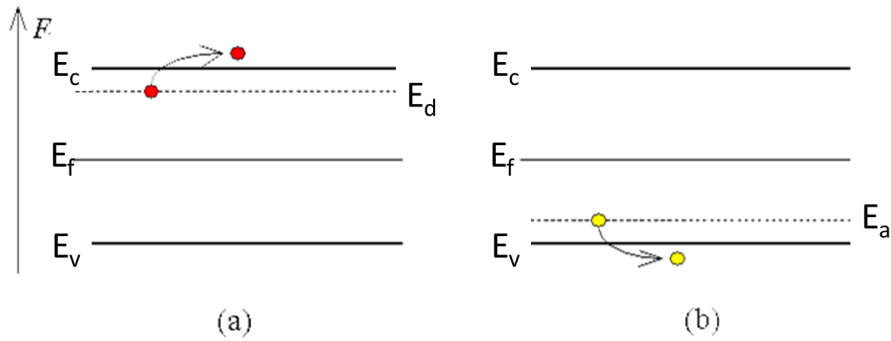
(Imagem cedida pelo Prof. M. A. Gusmão)

### 2.1.1 Semicondutores extrínsecos

A adição controlada de impurezas, como meio de alterar propriedades do semicondutor, é chamada de dopagem. As impurezas (dopantes) podem ser:

- Doadoras (tipo n): têm valência maior que a dos átomos do semicondutor puro e doam os elétrons adicionais para a banda de condução;
- Receptoras (tipo p): têm valência menor que a dos átomos do semicondutor puro e aceitam os elétrons do semicondutor, deixando lacunas na banda de valência.

Semicondutores dopados são chamados extrínsecos. As diferenças entre os átomos do semicondutor e os átomos dos dopantes provocam o aparecimento de níveis localizados na região do *gap*, como ilustrado na Figura 2.2.



**Fig. 2.2:** Níveis localizados na região do gap devido à adição de dopantes: nível doador com energia  $E_d$  em semicondutores tipo  $n$  (a) e aceitador, com energia  $E_a$ , em semicondutores tipo  $p$  (b).  $E_c$  é a energia do fundo da banda de condução,  $E_f$ , a energia do nível de Fermi e  $E_v$ , a energia do topo da banda de valência.

Imagem adaptada de Zeghbrock, 2011

### 2.1.2 Densidade de portadores no equilíbrio térmico

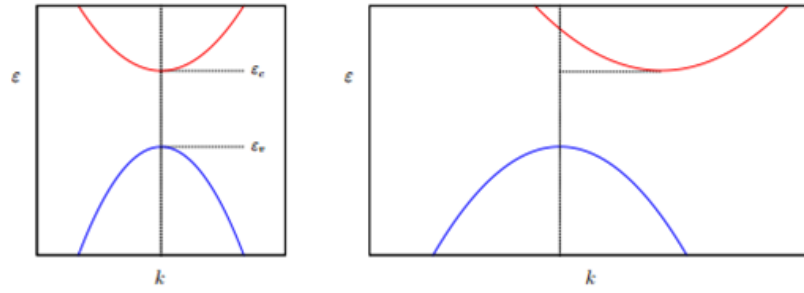
Para o cálculo da concentração de portadores em cada uma das bandas é necessário saber o número de estados disponíveis, o que depende do formato das bandas. Como o fundo da banda de condução ( $\epsilon_c$ ) e o topo da banda de valência ( $\epsilon_v$ ) devem ser localizados em pontos de mínimo e máximo no espaço- $k$ , usamos uma representação esquemática da energia em função do vetor de onda  $k$ , como mostrado na Figura 2.3. Como os portadores de carga em ambas as bandas estão próximos às extremidades, descrevemos as bandas com o modelo de elétrons livres, em que  $\epsilon \propto k^2$ , utilizando massas efetivas, representadas por  $m^*$ :

$$\frac{1}{m^*} \propto \frac{\partial^2 \epsilon(k)}{\partial k^2}$$

Assim, definimos a banda de condução como uma banda de elétrons ( $m_e^* > 0$ ) e a banda de valência como uma banda de buracos ( $m_h^* < 0$ ). A densidade de estados de elétrons na banda de condução é dada por:

$$D_n(\epsilon) = \frac{1}{2\pi^2} \left( \frac{2m_e}{\hbar^2} \right)^{\frac{3}{2}} (\epsilon - \epsilon_c)^{\frac{1}{2}}. \quad (2.1)$$

Em equilíbrio térmico, a densidade de elétrons na banda de condução é obtida através da integral do produto entre a densidade de estados  $D_n(\epsilon)$  e a probabilidade de ocupação



**Fig. 2.3:** Representação esquemática da estrutura de bandas de um semiconductor de gap direto e indireto.

(Imagem cedida pelo Prof. M. A. Gusmão)

desses estados,  $f(\epsilon)$ :

$$n = \int_{\epsilon_c}^{\infty} D_n(\epsilon) f_n(\epsilon) d\epsilon \quad (2.2)$$

$$f_n(\epsilon) = \frac{1}{e^{\frac{\epsilon - \epsilon_F}{k_B T}} + 1} \approx e^{-\left(\frac{\epsilon - \epsilon_F}{k_B T}\right)} \quad (2.3)$$

Temos, assim, que:

$$n = \frac{1}{2\pi^2} \left(\frac{2m_e}{\hbar^2}\right)^{\frac{3}{2}} \int_{\epsilon_c}^{\infty} (\epsilon - \epsilon_c)^{\frac{1}{2}} e^{-\left(\frac{\epsilon - \epsilon_F}{k_B T}\right)} d\epsilon \quad (2.4)$$

Resolvemos a equação 2.4 fazendo a substituição  $x = \frac{\epsilon - \epsilon_c}{k_B T}$  e mudando os limites de integração  $\int_{\epsilon_c}^{\infty} \rightarrow \int_0^{\infty}$ . Definindo  $N_c$  como a densidade efetiva de estados na banda de condução:

$$N_c = 2 \left(\frac{2\pi m_e k_B T}{h^2}\right)^{\frac{3}{2}} \quad (2.5)$$

obtemos:

$$n = N_c e^{\frac{\epsilon_F - \epsilon_c}{k_B T}} \quad (2.6)$$

Analogamente para as lacunas na banda de valência, temos

$$p = \int_{-\infty}^{\epsilon_v} D_p(\epsilon) f_p(\epsilon) d\epsilon \quad (2.7)$$

$$= N_v e^{\frac{\epsilon_v - \epsilon_F}{k_B T}} \quad (2.8)$$

onde  $f_p(\epsilon) = 1 - f_n(\epsilon)$  e a densidade efetiva de estados na banda de valência é  $N_v = 2 \left( \frac{2\pi m_v k_B T}{h^2} \right)^{\frac{3}{2}}$ .

Para semicondutores intrínsecos, temos que  $n_i = n = p$  e então

$$n_i^2 = np = N_c N_v e^{-\left(\frac{\epsilon_c - \epsilon_v}{k_B T}\right)} = N_c N_v e^{-\left(\frac{E_g}{k_B T}\right)} \quad (2.9)$$

### 2.1.3 Transporte de portadores de carga

O transporte de portadores de carga no semicondutor se dá de duas maneiras: por difusão ou por deriva, caracterizadas a seguir.

#### Corrente de Deriva:

A aplicação de um campo elétrico  $\vec{E}$  gera uma força  $\vec{F} = \vec{E}q$  sobre os portadores de carga, que passam a se mover de acordo com a equação de movimento:

$$m \frac{\vec{v}}{\tau} \approx \vec{F} = \vec{E}q \quad \rightarrow \quad \vec{v} = \frac{q\tau}{m} \vec{E} \quad (2.10)$$

onde  $\tau$  é o tempo de relaxação,  $q$  é a carga e  $\vec{v}$  é a velocidade dos portadores. Temos, portanto, que as velocidades de deriva de elétrons ( $v_{dn}^{\vec{}}$ ) e de lacunas ( $v_{dp}^{\vec{}}$ ) são escritas, respectivamente, como

$$v_{dn}^{\vec{}} = \frac{-e\tau_n}{m_{n^*}} \vec{E} \quad e \quad v_{dp}^{\vec{}} = \frac{e\tau_p}{m_{p^*}} \vec{E} \quad (2.11)$$

Definimos a mobilidade como:

$$\mu = \frac{v_d}{E} = \frac{e\tau}{m} \quad (2.12)$$

A densidade de corrente de deriva é dada pelo produto da densidade de portadores, a carga dos portadores e a velocidade de deriva:  $\vec{j} = nq\vec{v}$ . Temos, assim, que

$$\vec{j} = n(-e)v_{dn} + pev_{dp} = e(n\mu_n + p\mu_p)\vec{E} \quad (2.13)$$

Podemos definir a condutividade como:

$$\sigma = \frac{j}{E} = e(n\mu_n + p\mu_p) \quad (2.14)$$

### Corrente de difusão:

É o fluxo líquido devido a um gradiente de concentração, na direção de menor concentração. Definimos o coeficiente de difusão  $D$ :

$$D = \left( \frac{k_B T}{e} \right) \mu \quad (2.15)$$

As densidades de corrente de difusão para elétrons e lacunas são então escritas, respectivamente, como:

$$\vec{j}_n = (-e)D_n(-\vec{\nabla}n) = k_B T \mu_n \vec{\nabla}n \quad (2.16)$$

$$\vec{j}_p = eD_p(-\vec{\nabla}p) = -k_B T \mu_p \vec{\nabla}p \quad (2.17)$$

### Densidade de Corrente total

A densidade de corrente total é dada pela soma das densidades de corrente de difusão e de deriva. Para elétrons e lacunas temos, respectivamente:

$$\vec{j}_n = en\mu_n\vec{E} + eD_n(\vec{\nabla}n) = \mu_n(en\vec{E} + k_B T \vec{\nabla}n) \quad (2.18)$$

$$\vec{j}_p = ep\mu_p\vec{E} - eD_p(\vec{\nabla}p) = \mu_p(ep\vec{E} - k_B T \vec{\nabla}p) \quad (2.19)$$

Essas equações se aplicam a sistemas em equilíbrio. No entanto, para a maior parte dos dispositivos eletrônicos, é importante compreender os processos de transporte fora do equilíbrio, isto é, em situações em que há variação no número de portadores. Isso pode ocorrer de diversas maneiras: a geração de portadores pode ocorrer por bombardeamento



por radiação (fótons) ou elétrons. Por outro lado, pode ocorrer também a recombinação de pares elétron-buraco.

De grande interesse são as junções p-n, presentes em incontáveis aplicações tecnológicas. Sua compreensão é a base para o entendimento de diodos, transistores e heterojunções, fornecendo um modelo simples e completo para a análise do comportamento de portadores minoritários e conseqüentemente para a técnica de EBIC.

### 2.1.4 Junção p-n

Junções p-n referem-se a interface de uma camada de semiconductor tipo  $n$  e uma camada de semiconductor tipo  $p$  e estão presentes em praticamente todos os dispositivos eletrônicos. A região tipo  $n$  é dopada com impurezas doadoras e a região  $p$ , com aceitadoras.

Como há excesso de elétrons ( $e^-$ ) no lado  $n$ , ocorre difusão de  $e^-$  para o lado  $p$  e, analogamente, difusão de buracos ( $h^+$ ) para o lado  $n$ . Como resultado dessa difusão, restam os íons dos dopantes ionizados (positivos no lado  $n$  e negativos no lado  $p$ ), que produzem um campo elétrico  $\vec{E}$ . Esse campo produz uma corrente de deriva, se opondo à corrente de difusão. No equilíbrio, essas duas correntes se igualam.

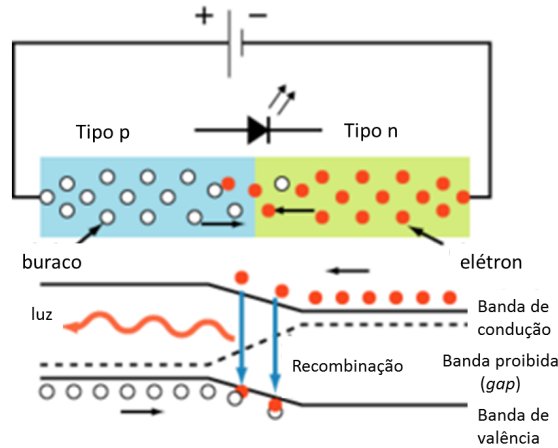
Na região próxima à junção ocorre a recombinação de pares elétron-buraco, produzindo fótons (por emissão espontânea) e, no caso de semicondutores de *gap* indireto, também fônons. A recombinação gera uma zona de depleção em torno da interface.

Quando a junção é polarizada diretamente,  $h^+$  são empurrados para o lado  $p$  (negativa) e  $e^-$ , para o lado  $n$  (positiva), o que reduz a carga líquida nessas regiões. Isso, por sua vez, reduz a barreira de potencial  $V_{bi}$  e a zona de depleção, fazendo com que a resistência à passagem de corrente seja reduzida.

Se polarizarmos a junção no sentido inverso, obtemos um aumento na carga líquida das regiões  $p$  e  $n$ , aumentando a barreira de potencial e a zona de depleção, impedindo, assim, a condução.

### 2.1.5 Transporte de portadores de carga fora do equilíbrio

Na ausência de campo elétrico, os portadores de carga criados movem-se de forma difusiva pelo semiconductor. Durante este movimento, a recombinação de pares elétron-buraco ocorre por meio de centros de recombinação na estrutura do semiconductor. Define-



**Fig. 2.4:** Esquema de junção p-n polarizada diretamente.

Imagem adaptada do texto sobre o prêmio Nobel de Física de 2014 disponibilizado pela Royal Swedish Academy of Sciences em [www.nobelprize.org](http://www.nobelprize.org).

se a vida média ( $\tau$ ) do portador de carga como o tempo médio em que o portador se move dentro do material antes de sofrer recombinação.

O transporte de portadores de carga fora do equilíbrio pode ser descrito a partir da equação da continuidade. Para lacunas, escrevemos:

$$-\frac{\partial}{\partial t} \int_V p dV = \oint_S \frac{1}{e} j_p dS + \int_V (R - g) dV \quad (2.20)$$

onde o termo à esquerda refere-se à variação temporal da densidade de lacunas ( $p$ ) em um volume  $V$ . O primeiro termo à direita é referente ao fluxo de lacunas pela superfície  $S$  que delimita o volume  $V$  e o segundo, à variação na densidade de lacunas devido à recombinação e à geração de cargas. Aqui,  $R$  é a taxa de recombinação e  $g$ , a de geração. Para elétrons a expressão é análoga. Temos portanto que:

$$\frac{\partial p}{\partial t} + R - g + \frac{1}{e} \nabla \cdot j_p = 0 \quad (2.21)$$

$$\frac{\partial n}{\partial t} + R - g - \frac{1}{e} \nabla \cdot j_n = 0 \quad (2.22)$$

Considerando um semiconductor do tipo  $n$  e a injeção de portadores no estado estacionário, temos que a variação no número de portadores minoritários (lacunas) é  $\Delta p = p - p_0$ .

Da equação 2.17, a densidade de corrente devido à difusão de lacunas é expressa como:

$$j_p = -e\nabla p D_p = -e D_p \nabla(\Delta p) \quad (2.23)$$

$$\frac{1}{e} \nabla \cdot j_p = -D_p \nabla^2(\Delta p) \quad (2.24)$$

Para  $\Delta p$  pequeno, consideramos  $R - g = U = \frac{\Delta p}{t_p}$  onde  $\tau_p$  é a vida média das lacunas. Assim, segue que

$$\frac{\partial \Delta p}{\partial t} + \frac{\Delta p}{t_p} - D_p \nabla^2(\Delta p) = 0 \quad (2.25)$$

$$\frac{\Delta p}{t_p} - D_p \frac{d^2 \Delta p}{dx^2} = 0 \quad (2.26)$$

$$\frac{\Delta p}{t_p D_p} = \frac{d^2 \Delta p}{dx^2} \quad (2.27)$$

$$\frac{\Delta p}{L_p^2} = \frac{d^2 \Delta p}{dx^2} \quad (2.28)$$

onde definimos o comprimento de difusão dos portadores minoritários (nesse caso lacunas):

$$L_p = \sqrt{t_p D_p} \quad (2.29)$$

Resolvendo a equação 2.28 obtemos:

$$\frac{d^2 \Delta p}{dx^2} = \frac{\Delta p}{L_p^2} \quad \rightarrow \quad \Delta p(x) = \Delta p(0) e^{-\frac{x}{L_p}} \quad (2.30)$$

Finalmente, a densidade de corrente é expressa por

$$j_p(x) = -e D_p \frac{d \Delta p}{dx} = e \frac{D_p}{L_p} \Delta p(0) e^{-\frac{x}{L_p}} \quad (2.31)$$

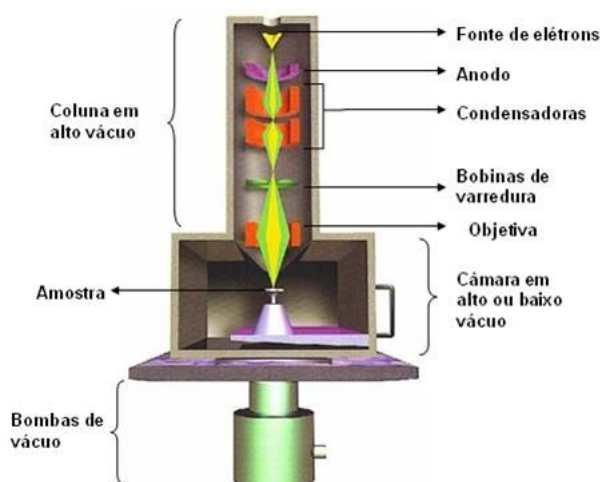
Na maior parte das situações, no entanto, para resolver a equação de continuidade é necessário conhecer a função de geração  $g$  de pares elétron-buraco no material. Essa geração pode ocorrer através de diversos processos. A presente monografia tem interesse

na corrente induzida por feixe de elétrons. Consequentemente, são de interesse os processos de geração do feixe e a interação dos elétrons do feixe com a amostra.

O sistema de medida EBIC está acoplado ao equipamento de duplo feixe (Jeol JIB4500) do Laboratório de Conformação Nanométrica - LCN do Instituto de Física. Este equipamento possui, além do microscópio eletrônico de varredura convencional, um canhão de íons capaz de acelerar íons de gálio, o que permite a conformação e o processamento de nano estruturas em amostras. Assim, a próxima seção trata de algumas características importantes da microscopia eletrônica e iônica para a técnica EBIC.

## 2.2 Microscópio Eletrônico de Varredura

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é uma ferramenta de caracterização de amostras extremamente versátil. O canhão de elétrons produz e acelera elétrons em um feixe de energia entre 1 e 50 keV, que é colimado e focalizado por lentes e aberturas ao longo da coluna, como mostrado esquematicamente na Figura 2.5.

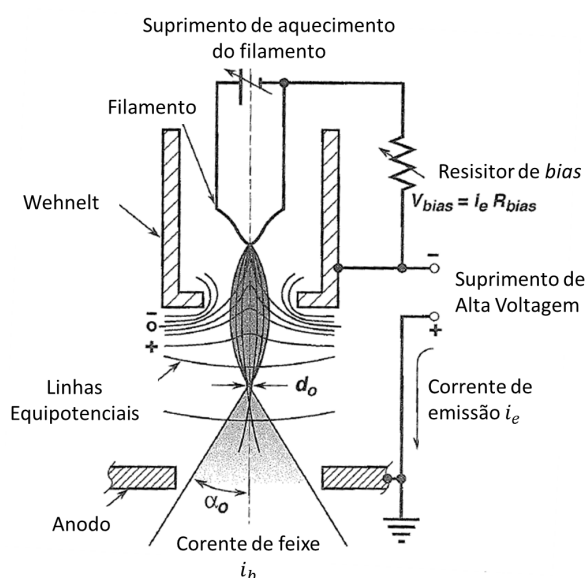


**Fig. 2.5:** Esquema da coluna de um Microscópio Eletrônico de Varredura. Imagem: [fap.if.usp.br/lff/mevE.html](http://fap.if.usp.br/lff/mevE.html)

### 2.2.1 Geração do Feixe de Elétrons

O canhão de elétrons consiste de três componentes: o filamento, o *Wehnelt* e o anodo (Figura 2.6). Os elétrons são emitidos termionicamente por um filamento de tungstênio,

*field emission* ou hexaboreto de lantânio (LaB6), e são em seguida focalizados pelo *Wehnelt*.



**Fig. 2.6:** Diagrama esquemático da produção do feixe em um canhão de elétrons com filamento de tungstênio. (Adaptado de Goldstein, 2003)

Além de focalizar os elétrons emitidos, o *Wehnelt* controla a intensidade da emissão. Ele é conectado ao filamento por um resistor variável, e a corrente de emissão que sai do filamento é substituída por outra corrente igual por esse resistor. Isso gera um *bias* negativo entre o *Wehnelt* e o filamento. Como os elétrons se movem em direção a potenciais positivos, eles deixam o filamento apenas onde as linhas de potencial eletrostático positivas passam pelo filamento. A voltagem de bias causa a curvatura das linhas equipotenciais perto do furo no *Wehnelt*, focalizando os elétrons emitidos. Ainda, a diferença de potencial entre o filamento (cátodo) e o ânodo causa a aceleração dos elétrons - a energia dos elétrons do feixe varia, tipicamente, entre 1 e 50 keV.

No caminho até a amostra, os elétrons passam pela coluna eletrônica, que contém lentes eletromagnéticas e aberturas que atuam sobre o feixe de modo a garantir sua colimação a dimensões de dezenas de nanômetros. A amostra é posicionada sobre um porta amostras motorizado e detectores de diferentes tipos garantem a aquisição dos principais sinais de interesse para a microscopia eletrônica [4].

## 2.2.2 Interação do feixe com a amostra

A interação do feixe de elétrons com a amostra produz diferentes tipos de sinais, e detectores apropriados são utilizados para distingui-los. Os sinais mais utilizados são os de elétrons retroespalhados, elétrons secundários e raios X característicos. A presente monografia trata de um sinal menos convencional, o EBIC.

Para a técnica de EBIC, a interação de interesse é a geração e o comportamento de uma corrente de portadores de carga dentro da amostra. Para a maior parte dos materiais de interesse, um feixe com energia entre 5 e 200 keV não provoca dano estrutural na amostra [6]. Cada elétron do feixe que atinge o semiconductor gera milhares de pares elétron-buraco, dentro de um volume reduzido na amostra.

Na técnica EBIC, o sistema de detecção é constituído pela nano ponteira e pelo terra da amostra, que conectados ao sistema de aquisição e amplificação de sinal, medem a corrente elétrica induzida pelo feixe de elétrons em sua interação com o material da amostra. Pares elétron-buraco são gerados no interior do volume de interação produzidos pelos elétrons do feixe do MEV. Parâmetros como a energia de aceleração e corrente do feixe de elétrons são utilizados em modelos teóricos que calculam a profundidade de penetração dos elétrons incidentes, o volume de interação e a função geração utilizada nas equações 2.21 e 2.22 para o cálculo de difusão dos portadores, que fornece o número de pares elétron-buraco formados.

## 2.2.3 Volume de interação

Os elétrons primários incidentes sofrem espalhamento pelos elétrons de valência e pelos núcleos dos átomos da amostra. O primeiro refere-se ao espalhamento inelástico, responsável pela perda de energia dos elétrons incidentes. O segundo, é o espalhamento elástico e está associado à mudança de direção dos elétrons do feixe no interior da amostra. Esse processo faz com que o feixe, que antes era colimado, se espalhe em uma região dentro da amostra, denominada pera de ionização ou volume de interação.

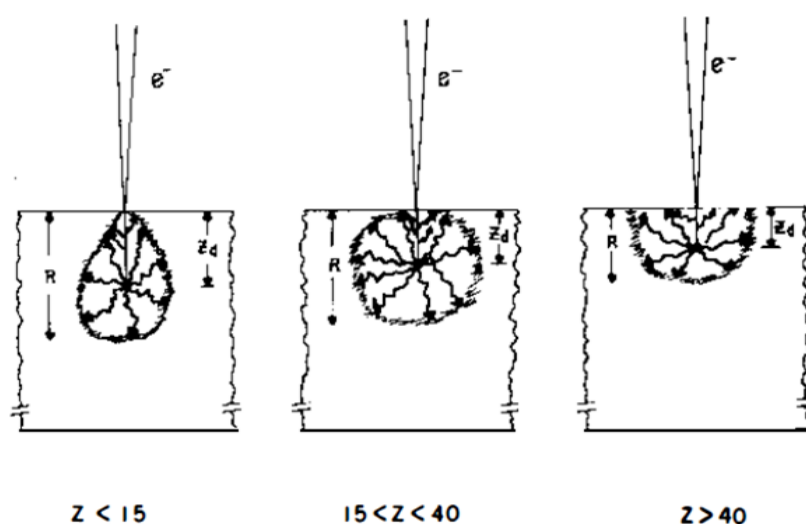
Esses processos de espalhamento eventualmente fazem com que o elétron perca a formação sobre a direção original de incidência do feixe. A profundidade em que esse processo de randomização é concluído é chamada profundidade de difusão ( $Z_d$ ) e depende fortemente do número atômico do material, como é ilustrado na Figura 2.7.

A energia média para criar um par elétron-buraco,  $E_i$ , é aproximadamente constante

para qualquer semiconductor. Por exemplo para Si,  $E_i \approx 3,6eV$ . Dessa forma, um elétron com energia 1 keV, por exemplo, pode gerar aproximadamente 300 pares elétron-buraco [10]. Isso produz um ganho  $G$  (ou fator de multiplicação de corrente) na medida de EBIC, dada pela relação [5]:

$$G = \frac{E_b}{E_i}(1 - f)e \quad (2.32)$$

Onde  $e$  é a eficiência com que a carga é coletada,  $E_b$  é a energia do feixe e  $(1 - f)$  considera a perda de energia devido aos elétrons retroespalhados.



**Fig. 2.7:** Esquema ilustrativo da relação entre número atômico  $Z$  e o tamanho da pera de ionização.  $R$  é o alcance dos elétrons e  $Z_d$  é a profundidade de difusão. (Hanoka, 1981)

### Alcance dos elétrons do feixe no material

O alcance dos elétrons do feixe dentro do material semiconductor não tem uma definição única, sendo em geral expresso em função da energia do feixe  $E_b$  na forma:

$$R = \frac{1}{\rho} k E_b^\alpha \quad (2.33)$$

onde  $\rho$  é a densidade,  $k$  é uma constante, e  $\alpha$  varia de 1,2 a 1,8 dependendo da energia dos elétrons primários, do número atômico e da definição de  $R$ . Algumas definições possíveis

para o alcance incluem os alcances médio  $R_m$  e máximo,  $R_{max}$ , o alcance de Bohr-Bethe  $R_{BB}$  e o de Grün  $R_G$ , derivado experimentalmente.

O Modelo de Kanaya & Okayama [4] é um modelo simples que considera o espalhamento tanto elástico quanto inelástico dos elétrons do feixe, sendo aplicado para energias de feixe menores que 1000 keV. O alcance máximo, em cm, é dado por:

$$R_{max} = (2,76 \times 10^{-11}) \frac{AE_b^{5/3}}{\rho Z^{8/9}} \left[ \frac{1 + E_b/2m_0c^2}{1 + E_b/m_0c^2} \right]^{5/3} \quad (2.34)$$

onde  $A$  é o número de massa,  $\rho$  é a densidade da amostra, expressa em  $g.cm^{-3}$  e  $E_b$  é a energia do feixe, expressa em eV. O cálculo de  $R_{max}$  considera a correção relativística. Para 20 keV, a correção reduz o alcance em cerca de 3%, e em 13% para 100 keV.

A tabela 2.1 apresenta alguns valores de alcance e razão entre a profundidade de difusão e o alcance máximo dos elétrons, dada por  $Z_d/R_{max} = 1/(1 + \gamma)$ , para semicondutores de interesse para a técnica de EBIC. O parâmetro  $\gamma$  é definido empiricamente como:  $\gamma = 0,187Z^{2/3}$ . Para  $Z_d/R_{max}$  próximos a 1/2, a distribuição de carga na amostra pode ser aproximada por uma esfera tangente à superfície [5].

**Tab. 2.1:** Valores para os parâmetros de geração de carga e retroespalhamento (Hanoka, 1981)

Semicondutor	$\gamma$	$Z_d/R_{max}$	(1-f)
C	0,62	0,62	0,97
Si	1,09	0,48	0,90
$Cu_2S$	1,57	0,39	0,83
GaP	1,49	0,40	0,84
GaAs	1,88	0,35	0,77
CdS	1,83	0,35	0,77
HgTe	3,04	0,33	0,63

## 2.2.4 Função de geração

A função de geração  $g(r)$  dá o número de pares elétron-buraco formados na amostra por unidade de tempo, como função da posição  $r$  na amostra. O modelo de Kanaya & Okayama prevê uma função de geração constante em um volume de interação esférico [6].



Outro modelo possível consiste em supor que toda carga é gerada em um ponto, a uma profundidade  $z_0$  na amostra:

$$g = g_0\delta(z - z_0) \quad (2.35)$$

Essa aproximação é bastante útil para simulações computacionais de EBIC. Ainda, Davidson et. al [11] propõem uma função de geração proporcional a uma distribuição gaussiana. A forma da função de geração considerada dependerá das condições de medida, material e métodos de análise dos resultados.

## 2.3 A Técnica de EBIC

A técnica EBIC utilizada nesta monografia foi montada no sistema de duplo feixe do Laboratório de Conformação Nanométrica do Instituto de Física da UFRGS. Um dos acessórios deste equipamento é o dispositivo de nano manipulação de amostras da empresa Omniprobe (AutoProbe 200), mostrado na Figura 2.8. Trata-se de um sistema que possui um eixo central com uma agulha de tungstênio na sua extremidade. Esta pode ser aproximada da amostra no interior da câmara do MEV através de controle eletropneumático, em nanoescala, das coordenadas x-y-z. Recentemente, foram adquiridos os acessórios necessários para a implementação da técnica EBIC, constituídos de um eixo central cerâmico para o nano manipulador isolado eletricamente para minimizar o efeito de ruídos externos, um sistema de amplificação da corrente elétrica e um software de controle para a aquisição dos sinais elétricos induzidos pelo feixe de elétrons.

Neste sistema, a agulha desempenha o papel de um dos contatos elétricos enquanto o outro contato está ligado ao terra do porta amostra do MEV. A coleta de dados na amostra é realizada sincronicamente com a varredura do feixe de elétrons. Dessa forma, mede-se a corrente em cada ponto da varredura, permitindo a geração de perfis ou mapas da corrente induzida em regiões selecionadas da amostra. O sistema está em fase de instalação, sendo fundamental esta etapa do trabalho para sua operacionalização e consequente realização de pesquisas originais e atendimento aos usuários no LCN.

### 2.3.1 Fundamentos

A técnica de EBIC é direcionada para a determinação das propriedades de transporte dos portadores minoritários no material, e permite medidas diretas de diversas propriedades



**Fig. 2.8:** Foto do nanomanipulador acoplado ao sistema duplo feixe do LCN.

elétricas em materiais semicondutores, como por exemplo a localização e a caracterização da zona de depleção em uma junção p-n: se o comprimento de difusão dos portadores minoritários gerados é suficientemente grande, eles podem se difundir produzindo uma corrente que pode ser medida nos contatos elétricos da amostra. Esta é a corrente induzida pelo feixe de elétrons.

A corrente coletada é obtida a partir da integração da densidade de corrente de difusão (Equação 2.28) [5]:

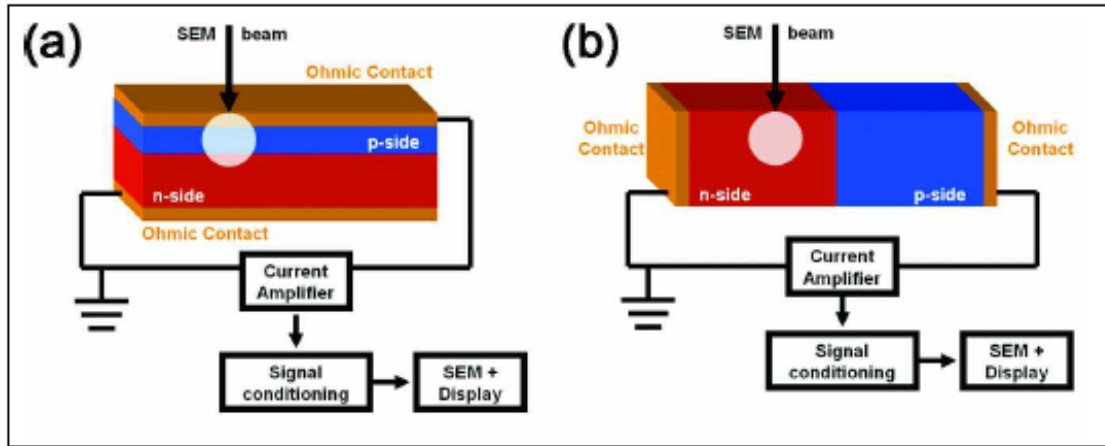
$$I_{cc} = \int_S \mathbf{j}_n \cdot d\mathbf{S} = qD \int_S \nabla n \cdot d\mathbf{S} \quad (2.36)$$

A medida de EBIC pode ser realizada em duas geometrias: no modo *Plan View* (PV-EBIC), em que o feixe é perpendicular à junção, e no modo *Cross-sectional* (X-EBIC), em que o feixe é paralelo à junção p-n.

O contraste em medidas de X-EBIC depende fortemente do comprimento de difusão dos portadores minoritários no material [13]. Por essa razão, o modo X-EBIC é principalmente utilizado na identificação da posição de junções p-n, que coincide com o máximo do sinal de EBIC, e na determinação do comprimento de difusão  $L$  de portadores minoritários.

A solução da equação de continuidade para este caso geralmente utiliza uma função de geração do tipo delta (Eq. 2.35). Para um material tipo p, considerando uma fonte  $g_0$  localizada em  $r_0 = 0$ , e supondo estado estacionário ( $\frac{\partial n}{\partial t} = 0$ ), a equação 2.28 resulta em:

$$n(r) = \frac{g_0}{4\pi D} \frac{e^{-r/L}}{r} \quad (2.37)$$



**Fig. 2.9:** Esquema dos modos de EBIC: PV-EBIC (a) e X-EBIC (b). (Parish, 2007)

Supondo que a velocidade de recombinação na superfície do volume de interação é infinita, então a corrente é dada por: [5, 6]

$$I_{cc} = qg_0e^{-x/L} \quad (2.38)$$

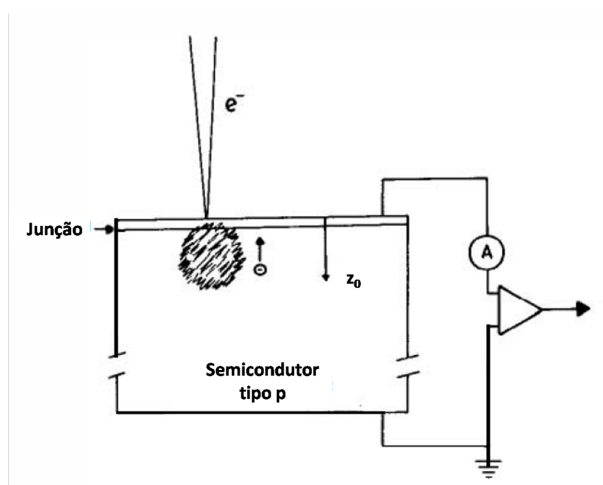
onde  $x$  é a distância perpendicular do feixe até o plano da junção. Assim, pode-se obter o comprimento de difusão  $L$  através da análise de um gráfico de  $I_{cc}$  versus  $x$ .

No modo PV-EBIC, quando o volume de interação se encontra dentro ou próximo à junção p-n, o contraste de EBIC é devido a mudanças na difusão dos portadores minoritários [12]. Defeitos em semicondutores, como contornos de grão, diminuem a vida média dos portadores, fazendo com que o sinal de EBIC diminua. Essa técnica de medida é especialmente útil para imageamento de defeitos eletricamente ativos em células solares e detectores. Para essa geometria, Donolato [13] propõe que a corrente elétrica produzida pelo feixe, em uma amostra de espessura infinita, seja dada por

$$I_{cc} = q \int_V g(r)e^{-z/L} dv \quad (2.39)$$

onde a integral é tomada no volume de interação, e  $z$  é a distância normal à junção (Figura 2.10). Considerando o modelo de Kanaya & Okayama, em que a carga é gerada uniformemente em uma esfera de raio  $a$ , a equação 2.39 resulta em [5]:

$$I_{cc} = 3qg_0 \left(\frac{L}{a}\right)^3 \left(\frac{a}{L} \cosh \frac{a}{L} - \sinh \frac{a}{L}\right) e^{-a/L} \quad (2.40)$$



**Fig. 2.10:** *Esquema de medida PV-EBIC. (Adaptado de Hanoka, 1981)*

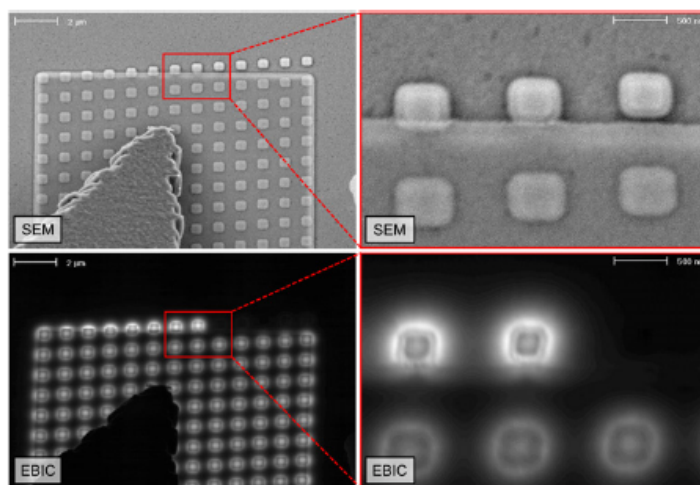
A caracterização elétrica de junções p-n em semicondutores pode ser realizada em cada uma das geometrias apresentadas acima utilizando o parâmetro "comprimento de difusão", conforme indicado nas equações 2.38 e 2.40. Para isto, os valores medidos da corrente elétrica induzida pelo feixe ( $I_{cc}$ ) devem ser utilizados em modelos que descrevem a função geração de pares elétron-buraco originada da irradiação com elétrons. Outra abordagem possível é utilizar propriedades elétricas conhecidas de materiais para testar os modelos encontrados na literatura que apresentam diferentes abordagens para a função geração.

### 2.3.2 Aplicações

A técnica EBIC pode ser aplicada em diversas situações em que se deseje estudar as propriedades elétricas de um material ou dispositivo. O contraste EBIC depende da eficiência na coleção de corrente, o que permite uma visualização direta da zona de depleção em junções p-n e de defeitos eletricamente ativos, que podem ser relacionados a falhas na fabricação de dispositivos ou alterações na estrutura cristalográfica do material. O primeiro tipo de defeito refere-se a imperfeições na forma, tamanho ou homogeneidade das junções p-n, ou ainda em falhas de fabricação como conexões abertas ou junções que não foram produzidas. Os defeitos cristalográficos incluem deslocamentos, falhas de empilhamento, formação de precipitados entre outros.

Um exemplo do primeiro tipo de defeito é o trabalho de Arstila et al. [14], que utiliza imagens de EBIC para caracterizar eletricamente estruturas de nanofios (Figura 2.11). Os nanotubos localizados sob a região que atua como fonte de corrente são funcionais,

na medida em que apresentam sinal uniforme de EBIC. Os nanotubos do canto superior direito não apresentam sinal de EBIC, indicando que suas fontes não são eletricamente conectadas ao resto da estrutura.

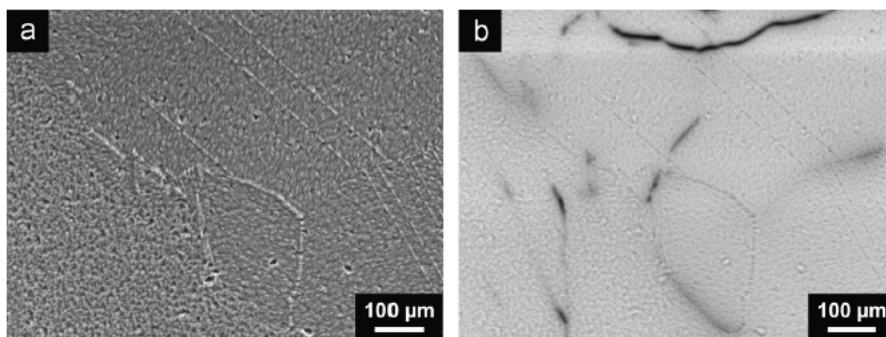


**Fig. 2.11:** *Imagens obtidas por elétrons secundários (MEV) e EBIC de nanofios com 300nm de diâmetro. (Arstila, 2013)*

Recentemente, tem crescido o interesse na aplicação da técnica de EBIC na área de células solares, para o estudo de defeitos cristalográficos como deslocamentos e contornos de grão, como ilustrado pelos trabalhos de Sekiguchi et. al. [15] e de Meng et. al. [16], que demonstra a aplicação do sinal EBIC para a caracterização de defeitos cristalográficos em células solares (Figura 2.12).

A técnica também é aplicada na caracterização de propriedades elétricas como a eficiência da coleção de corrente de portadores minoritários e características da junção p-n em células solares [17].

Baier et al. [18] aplicaram a técnica no estudo das propriedades de CdTe policristalino, um semiconductor vastamente utilizado em detectores à temperatura ambiente. Foi possível realizar o mapeamento das propriedades de transporte e sua homogeneidade, observar a estrutura dos grãos e medir a influência dos contornos de grão nas propriedades elétricas do material.



**Fig. 2.12:** (a) *Imagem de elétrons secundários (MEV);* (b) *Imagem de EBIC de célula solar.* (Meng, 2015)

## Capítulo 3

# Materiais e Métodos

### 3.1 Materiais

Tendo em vista o objetivo proposto de operacionalização do sistema EBIC, foram reunidos dois tipos de amostras para os testes do sistema: um semiconductor de silício tipo n e um circuito integrado cedido pela empresa CEITEC S.A..

Os semicondutores tipo n foram submetidos a limpeza padrão RCA na superfície do material e na sequência, foram realizadas implantações de Ga com diferentes energias para a formação de junções p-n abaixo da superfície destas amostras em diferentes profundidades.

### 3.2 Métodos

#### 3.2.1 Equipamento

O sistema de duplo feixe (marca Jeol modelo JIB 4500), localizado no Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN) do Instituto de Física da UFRGS, é o equipamento principal utilizado neste trabalho para a implantação de íons de gálio e para a geração e medida da corrente induzida por feixe de elétrons. O sistema possui uma coluna para aceleração de elétrons e uma para aceleração de íons de gálio. Neste equipamento foi anexado o sistema de medida EBIC.

#### 3.2.2 Feixe de Íons Focalizado

O equipamento de feixe de íons focalizado (FIB, do inglês *Focused Ion Beam*) é uma técnica semelhante ao MEV, que utiliza, ao invés de um feixe de elétrons, um feixe de íons, mais comumente de Ga. A técnica é principalmente utilizada para a conformação de



**Fig. 3.1:** Sistema de duplo feixe (marca Jeol modelo JIB 4500) localizado no LCN do IF-UFRGS.

amostras via desbastamento e deposição de nanoestruturas, por exemplo de carbono ou tungstênio, utilizando um sistema de injeção de gás organometálico. O sinal dos elétrons secundários produzidos durante a varredura do feixe de íons pode ser utilizado na obtenção de imagens de alta resolução. Essa varredura é realizada com baixa corrente de feixe para minimizar os danos na amostra, uma vez que os íons causam desbaste do material.

No LCN, o sistema de duplo feixe possui tanto a coluna para aceleração de íons quanto de elétrons (MEV), permitindo que amostras sejam analisadas com ambas as técnicas. Em especial no caso de deposições e desbastes, pode-se acompanhar o processo através de imageamento pelo MEV.

Na amostra de silício tipo n foram implantadas 4 áreas de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  com diferentes energias do feixe de íons de gálio (Tabela 3.1). A dose implantada foi de  $0,1 \text{ nC}/\mu\text{m}^2$ , o que equivale a  $10^{17}$  íons de gálio/ $\text{cm}^2$ .

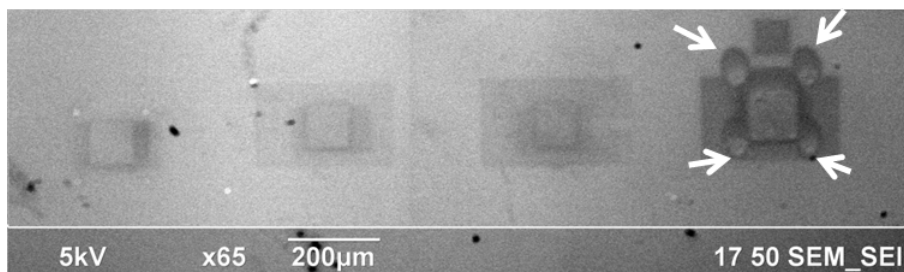
**Tab. 3.1:** Parâmetros de implantação das amostras

Nome	$E_b$	$I_b$
S1	10 keV	3000 pA
S2	10 keV	1000 pA
S3	15 keV	3000 pA
S4	5 keV	3000 pA

A Figura 3.2 mostra um mosaico de imagens no modo de elétrons secundários das quatro regiões implantadas com gálio no sistema de duplo feixe do LCN. Observa-se a



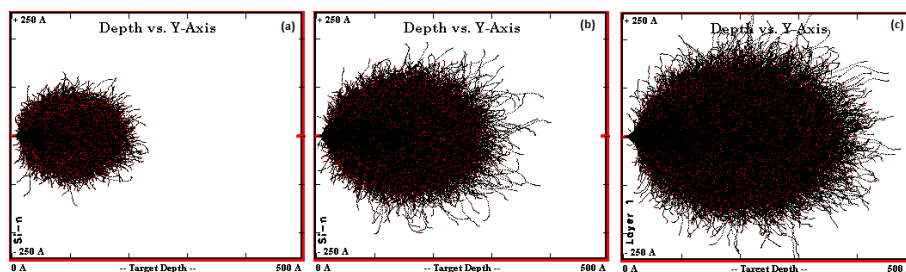
presença de regiões mais escuras, produzidas pela deposição de hidrocarbonetos presentes no interior da câmara do MEV durante a varredura do feixe de elétrons. Foram produzidas também marcações em torno das amostras para facilitar sua localização na superfície do silício (indicadas com setas brancas na Figura 3.2).



**Fig. 3.2:** *Imagens de elétrons secundários das amostras implantadas. Da esquerda para direita: S1, S2, S3 e S4*

As energias das implantações foram projetadas utilizando-se o programa TRIM (sigla em inglês para *Transport of Ions in Matter*) [20], para determinar os alcances projetados nas diferentes energias utilizadas. A Figura 3.3 apresenta o resultado da distribuição em profundidade de íons de Ga implantados com 5, 10 e 15 keV, correspondendo a alcances de 84, 128 e 167 Å, respectivamente.

Os íons de Ga implantados produzem uma região tipo p no silício, que inicialmente era do tipo n, em toda a região irradiada, resultando em uma junção p-n cuja profundidade depende da energia  $E_b$  do feixe de íons utilizada na implantação [19].



**Fig. 3.3:** *Peras de Ionização simuladas com o programa TRIM para feixe de Ga com energia (a) 5 keV, (b) 10 keV e (c) 15 keV.*

### 3.2.3 Sistema nano manipulador - software de controle

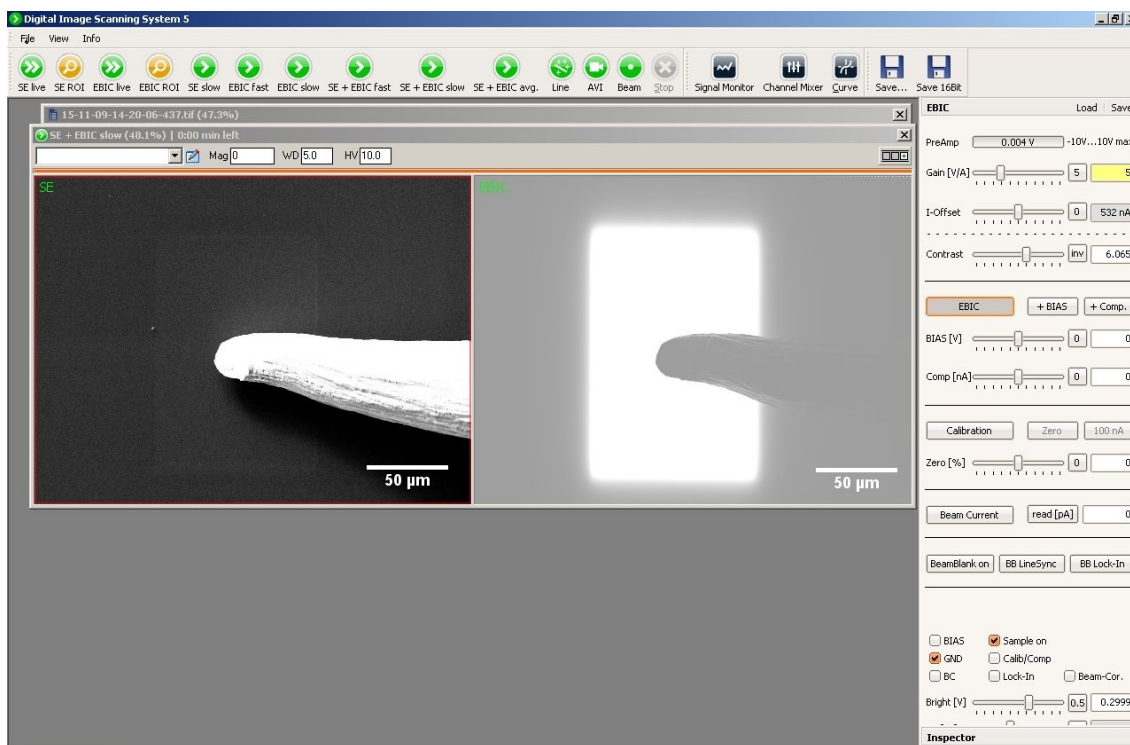
O nano manipulador AutoProbe 200, da Empresa Omniprobe está anexado ao sistema de duplo feixe do LCN. O software de controle da nano ponteira permite o controle do movimento da ponteira em x, y e z em escala nanométrica. Pode-se definir o passo (*step*) e a velocidade do movimento e controlar a posição da ponteira no referencial da amostra ou no do nano manipulador. É possível ainda programar posições pré-definidas de modo a tornar os processos de movimentação e aproximação da ponteira à superfície da amostra mais rápidos. Uma imagem da janela de controle do sistema é apresentada na Figura 3.4.



Fig. 3.4: Tela do software de controle do sistema nano manipulador.

### 3.2.4 Sistema EBIC - software de controle

O software de controle do sistema EBIC, DISS5 (*Digital Image Scanning System 5*), permite a aquisição de imagens e medidas quantitativas de EBIC. O feixe do MEV é controlado diretamente pelo software do sistema EBIC. O DISS5 permite ajustar a imagem de EBIC controlando parâmetros como ganho de corrente, brilho, contraste, entre outros. É possível também realizar medidas do sinal de EBIC em pontos, linhas ou áreas da amostra, obtendo um perfil espacial da corrente induzida. A Figura 3.5 apresenta uma imagem da tela de controle do DISS5, ilustrando, na parte superior, as várias opções de



**Fig. 3.5:** Tela do software de controle e processamento dos dados de EBIC.

aquisição de imagens, perfis em linha, pontos e áreas. Na direita da figura, são mostrados os vários parâmetros de controle para a medida da corrente induzida. Na figura, a imagem da esquerda é uma imagem de MEV no modo de elétrons secundários e a imagem da direita é uma imagem no modo EBIC de uma região implantada com Ga no silício tipo n.

## Capítulo 4

# Resultados e Discussões

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos com a técnica EBIC. A primeira seção apresenta os resultados da caracterização EDS da amostra S4 para a verificação da presença de Ga introduzido pela implantação e avaliação qualitativa da sua distribuição em profundidade. Seguem-se os resultados das primeiras imagens e perfis quantitativos de corrente induzida obtidas das amostras de silício tipo n implantadas com Ga. Ao final são apresentados resultados de EBIC na forma de imagens de um circuito integrado.

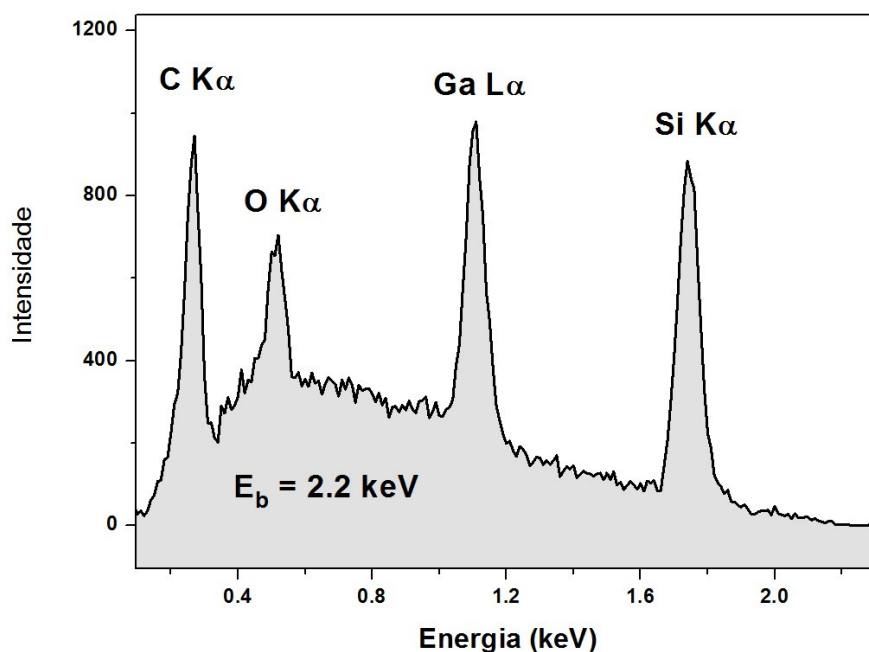
Uma das vantagens do sistema de feixe de íons focalizados é a possibilidade de produzir junções p-n em dimensões micro ou nanométricas e em profundidades controladas, adequadas para a fabricação de nanoestruturas. Entretanto, esta facilidade traz um desafio importante de caracterização da profundidade onde a junção p-n foi formada. As técnicas de caracterização da distribuição em profundidade de íons implantados, tais como *Rutherford Backscattering* (RBS) ou Reação Nuclear, utilizam feixes com diâmetro de milímetros, inadequados para a caracterização das amostras modificadas em escalas menores. Para enfrentar este desafio, o planejamento proposto para o trabalho consistiu das seguintes etapas:

- Implantação de íons de Ga em áreas de dimensões micrométricas com energias de 5, 10 e 15 keV;
- Caracterização com a técnica EDS utilizando diferentes energias de feixe de elétrons para amostrar diferentes profundidades no semiconductor e verificar se os espectros contém informação da distribuição de Ga em profundidade;
- Medição do sinal EBIC variando-se a energia de aceleração do feixe de elétrons para avaliação da intensidade de corrente induzida em diferentes profundidades da amostra;

- Comparação qualitativa dos resultados de EBIC e EDS em função da energia de aceleração dos elétrons para verificar o comportamento dos sinais em cada caso;
- Varredura do feixe de elétrons em linha para a aquisição de corrente induzida cruzando lateralmente as regiões implantadas com Ga e comparando com regiões não modificadas pela implantação;

## 4.1 Caracterização EDS das amostras implantadas

A implantação dos íons de gálio pode ser comprovada observando-se um espectro EDS representativo da amostra irradiada com íons com energia de 5 keV.



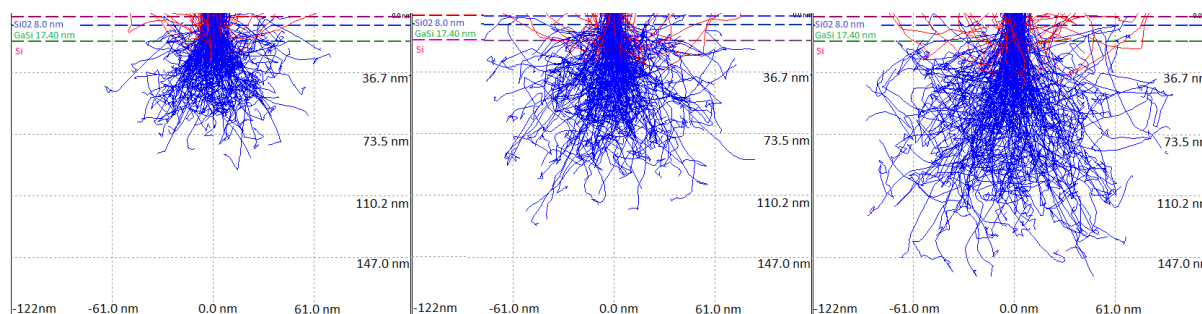
**Fig. 4.1:** EDS da amostra implantada com íons de Ga com 5 keV (amostra S<sub>4</sub>).

No espectro EDS medido com energia do feixe de elétrons de 2,2 keV, observa-se os picos característicos dos elementos C, O, Ga e Si. O carbono pode ter origem na contaminação da superfície da amostra devido aos hidrocarbonetos existentes no interior da câmara e o oxigênio pode estar associado a efeitos de oxidação na superfície da amostra. O elemento gálio advém da implantação e o silício constitui o material do substrato. Nota-se que a energia utilizada para aceleração do feixe de elétrons, ( $E_b=2.2$  keV), corresponde a um

alcance dos elétrons de 70 nm [4, 23]. Assim, este espectro privilegia a região próxima à superfície da amostra.

Variando-se o valor da energia de incidência do feixe de elétrons, diferentes profundidades são amostradas no material. Isso pode ser exemplificado com uma simulação Monte Carlo utilizando o programa Casino [23] e considerando uma amostra simulada implantada com íons de Ga de 10 keV. Propondo uma estrutura de camadas composta por C (3 nm),  $SiO_2$  (5 nm) e GaSi (9,4 nm) sobre o substrato de Si, para representar a situação experimental real, as peras de ionização para feixe de elétrons de energia de 2, 2,5 e 3 keV são mostradas na Figura 4.2. A espessura da camada de GaSi, cuja concentração de Ga foi simulada como 0,01 átomos de Ga para cada átomo de Si - foi determinada considerando-se os resultados do programa de simulação TRIM [20].

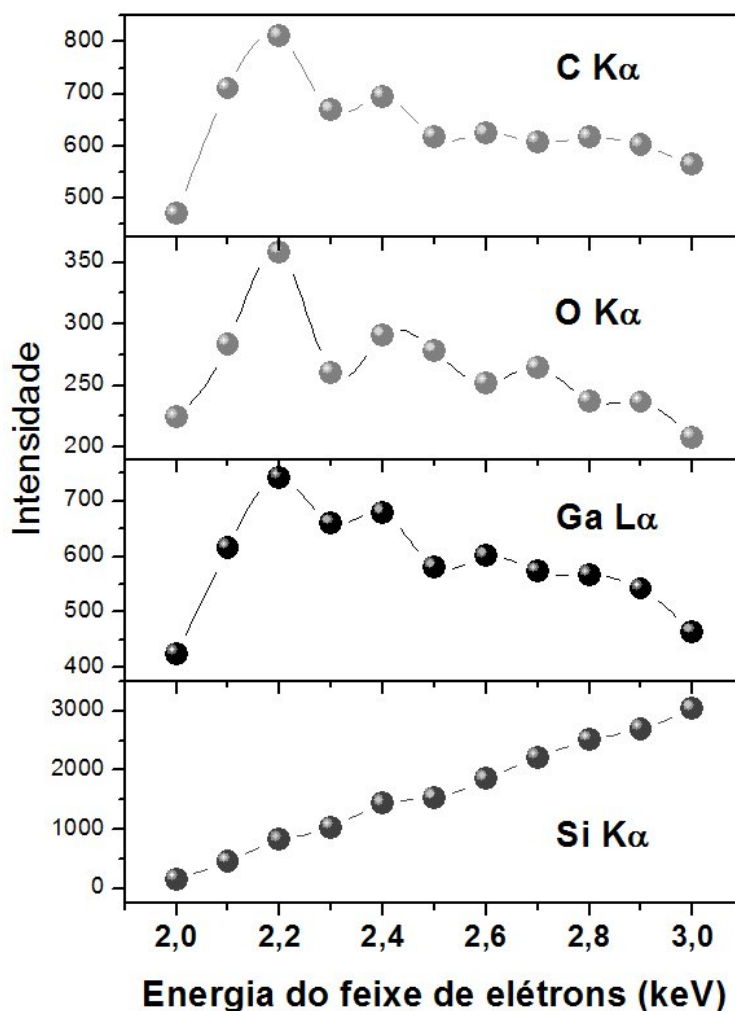
Na Figura 4.2 as trajetórias em vermelho indicam os elétrons retroespalhados, e as azuis, a dos elétrons que penetram na amostra e são desviados da trajetória inicial devido aos espalhamentos elásticos com os núcleos do material.



**Fig. 4.2:** Peras de ionização para feixe de 2, 2,5 e 3keV.

O efeito da variação da energia de incidência do elétrons de 2 a 3 keV, na intensidade do sinal de raios X característicos dos elementos C, O, Ga e Si medidos na amostra implantada com íons de Ga de 5 keV é apresentado na Figura 4.3.

Observa-se que a intensidade de emissão da linha de Si aumenta com o aumento da energia de incidência dos elétrons, compatível com o aumento do volume de ionização a medida que aumenta a energia dos elétrons do feixe. Esse comportamento é compatível com o esperado para um materiais *bulk*. Por outro lado, a intensidade de emissão das linhas de C, O e Ga iniciam aumento em 2.0 keV até atingir um máximo na energia de 2.2 keV. A partir deste valor, a intensidade das linhas é reduzida, o que é compatível com o esperado para filmes finos. Este comportamento indica a presença de uma camada de Ga enterrada próxima da superfície [24].

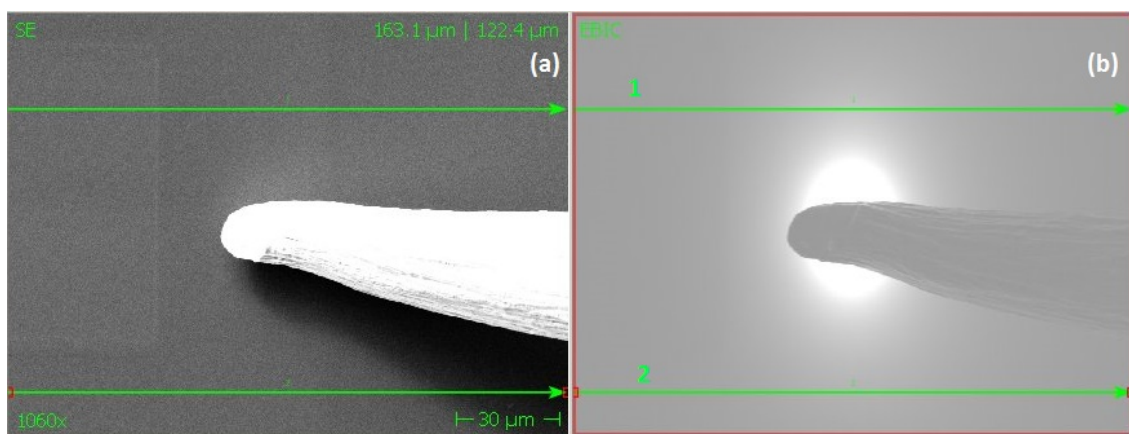


**Fig. 4.3:** Efeito da variação da energia de incidência do feixe de elétrons na intensidade das linhas de emissão de C K $\alpha$ , O K $\alpha$ , Ga L $\alpha$  e Si K $\alpha$ .

## 4.2 Quantificação do sinal EBIC

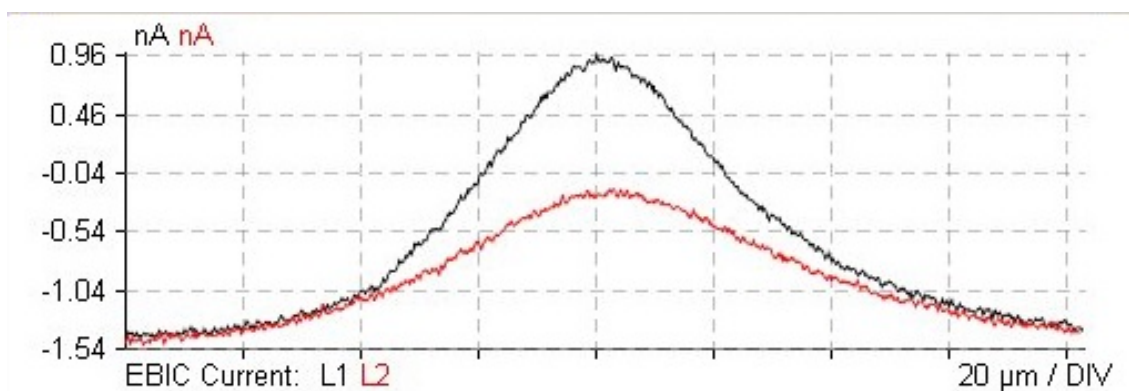
Inicialmente foram realizadas caracterizações do sinal EBIC em regiões não implantadas da amostra. A Figura 4.4 apresenta imagens de MEV nos modos SE e EBIC de uma destas regiões.

Nesta região observa-se contraste na imagem de EBIC na região imediatamente em torno da ponteira. Isso ocorre pois somente os portadores gerados nessa região são próximos o bastante da ponteira para serem coletados. As linhas em cor verde nas imagens indicam regiões em que a corrente induzida foi quantificada em sincronia com a varredura do feixe. A Figura 4.5 apresenta medidas de corrente ao longo das linhas 1 e 2, quantificando a



**Fig. 4.4:** Imagem de elétrons secundários (a) e de EBIC (b) de uma região da amostra não implantada.

observação qualitativa da imagem EBIC.

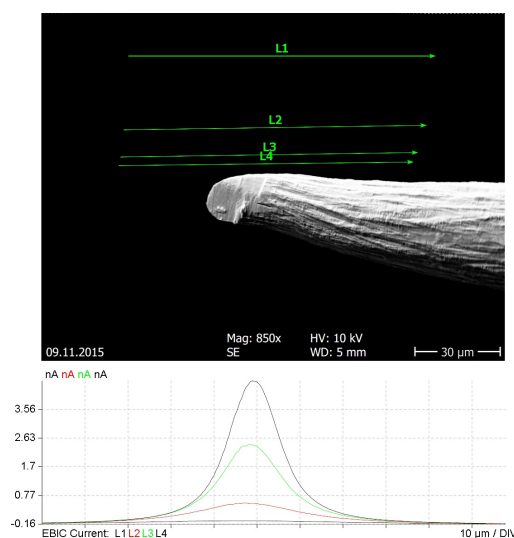


**Fig. 4.5:** Medida da corrente de EBIC ao longo das linhas 1 e 2 mostradas na Figura 4.4.

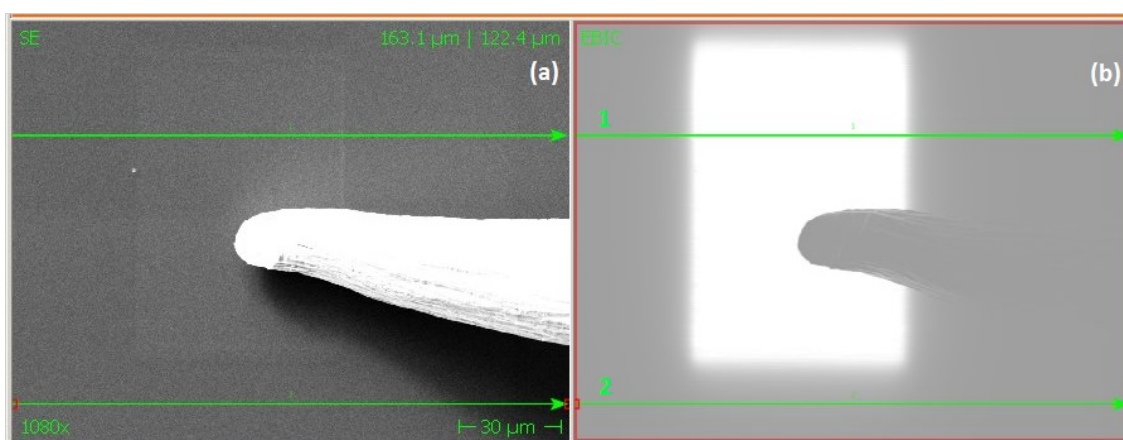
Ainda, foi realizada uma medida da corrente induzida em uma região distante das regiões implantadas ao longo de linhas sucessivamente mais próximas à ponteira (Figura 4.6). Assim como na medida apresentada na Figura 4.5, feita com a ponteira fora da zona implantada, a corrente de EBIC é maior em posições mais próximas à ponteira, um resultado similar ao da Figura 4.5.

Em uma região da amostra implantada com íons de Ga de energia 15 keV, foram realizadas aquisições de imagens e perfis quantitativos do sinal de EBIC. Na Figura 4.7 observa-se o contraste de imagem EBIC na região implantada. Foram efetuadas também varreduras do feixe de elétrons ao longo de linhas cruzando a região implantada. Novamente





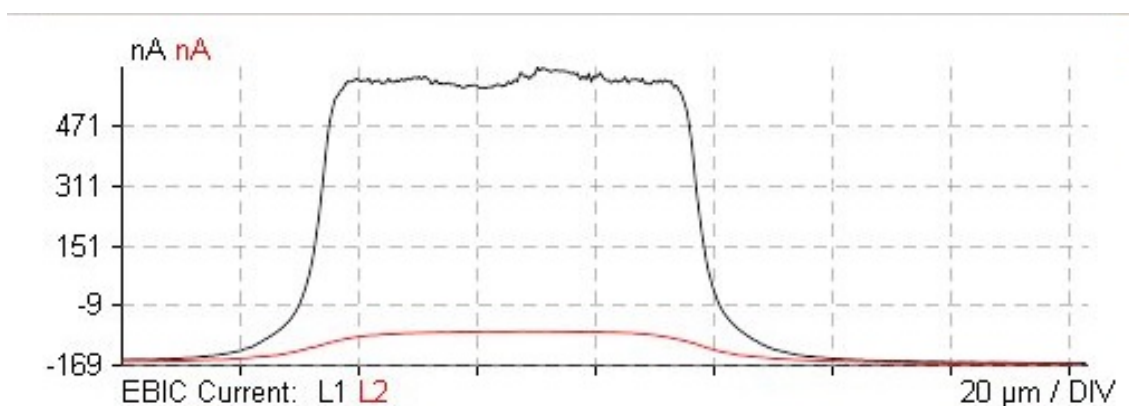
**Fig. 4.6:** Medida da corrente de EBIC ao longo de linhas a distâncias variadas da ponteira.



**Fig. 4.7:** Imagem de elétrons secundários (a) e de EBIC (b) da amostra implantada com Ga 15keV.

foram realizadas aquisições da corrente induzida em sincronia com a varredura do feixe. Estes perfis são apresentados na Figura 4.8. Nas imagens EBIC das Figuras 4.4 e 4.7 optou-se por uma saturação no ajuste de ganho do amplificador, para enfatizar o sinal de corrente induzida. Por esta razão observa-se uma região com tom de cinza bastante claro em cada caso.

Percebe-se que, ao longo da linha L1, a corrente aumenta significativamente na região implantada com íons de Ga, indicando um aumento do número de portadores de carga



**Fig. 4.8:** Medida da corrente de EBIC ao longo das linhas 1 e 2 mostradas na Figura 4.7.

coletados na região. Nota-se, ainda, que a corrente se mantém estável através da zona implantada, indicando que o comprimento de difusão dos portadores na região é grande o bastante para que portadores de toda a região difundam até a ponta e sejam coletados. Na varredura ao longo da linha L2, um comportamento similar ao da linha 1 é observado, porém com intensidade bem menor. Neste caso, portadores gerados fora da região contendo a junção p-n tem seu comprimento de difusão aumentado devido à presença da junção.

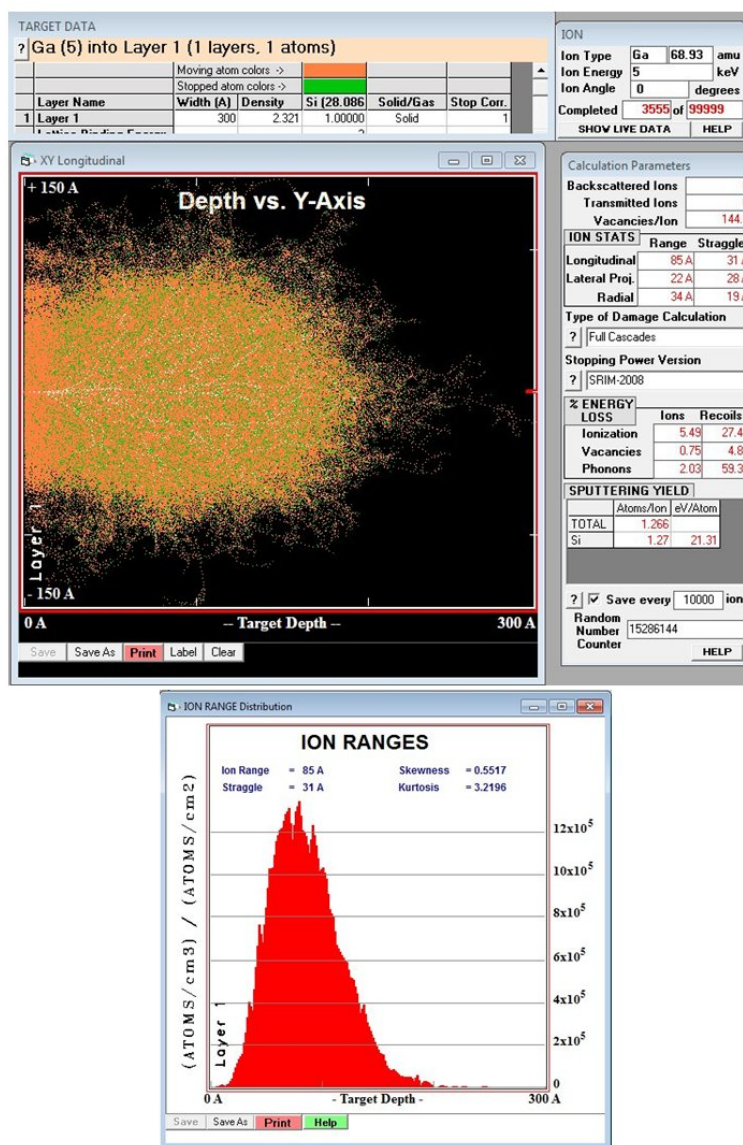
### 4.3 Medidas de EBIC com energia de feixe de elétrons variável

A amostra S4 foi implantada com íons de Ga com energia de 5 keV, tendo assim a junção p-n mais rasa entre as amostras produzidas. A profundidade da junção foi estimada em 8,4 nm obtida da simulação com o software TRIM.

A Figura 4.9 apresenta uma imagem da tela do programa de simulação TRIM mostrando as trajetórias dos íons do feixe, dados de alcance projetado dos íons (*range*), taxa de *sputtering* e um gráfico adicional mostrando a distribuição em profundidade dos íons implantados.

Considerando as profundidades de implantação obtidas nas simulação TRIM, foi possível escolher as faixas de energia para irradiação com o feixe de elétrons entre 2 e 3 keV, para enfatizar o sinal de EBIC nas regiões próximas da superfície.

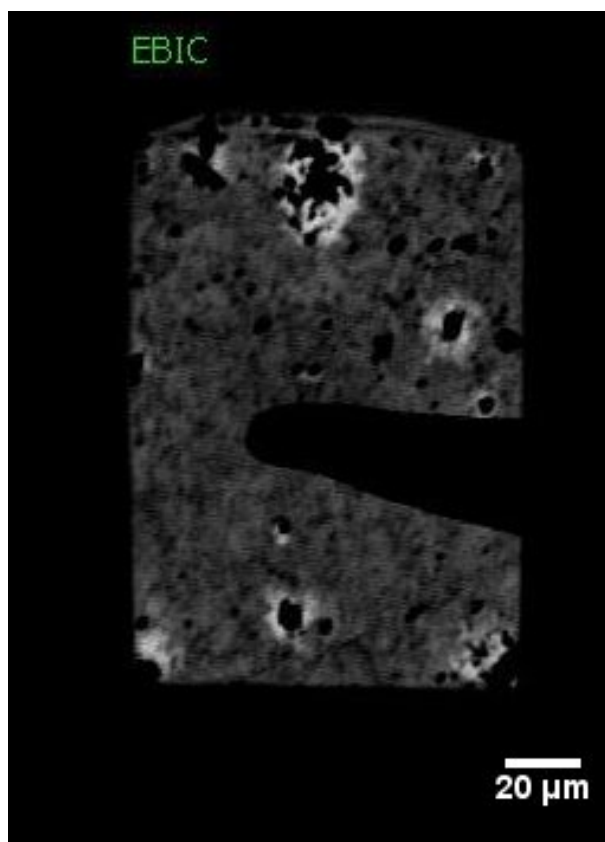
A Figura 4.10 apresenta uma imagem de EBIC da amostra implantada com íons de Ga com 15 keV, obtida com feixe de elétrons de 2,5 keV.



**Fig. 4.9:** Resultado das simulações TRIM considerando a implantação de íons de Ga com 5 keV em Si.

Neste caso, os ajustes de sinal EBIC não foram saturados e observa-se diferentes contrastes na imagem, que não são visíveis nas imagens de microscopia obtidas no modo SE. Para a interpretação da Figura 4.10 é importante utilizar resultados da simulação TRIM informando sobre as taxas de *sputtering* e os danos causados no alvo, considerando a implantação de íons de Ga com 5 keV em Si, mostrados na Figura 4.11.

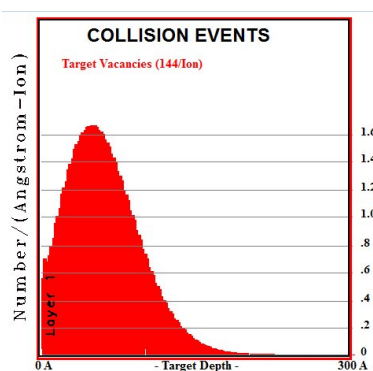
A simulação indica que nesta energia a taxa de *sputtering* é de 1,2 átomos por íon e a geração de defeitos do tipo vacâncias apresenta um máximo próximo da superfície.



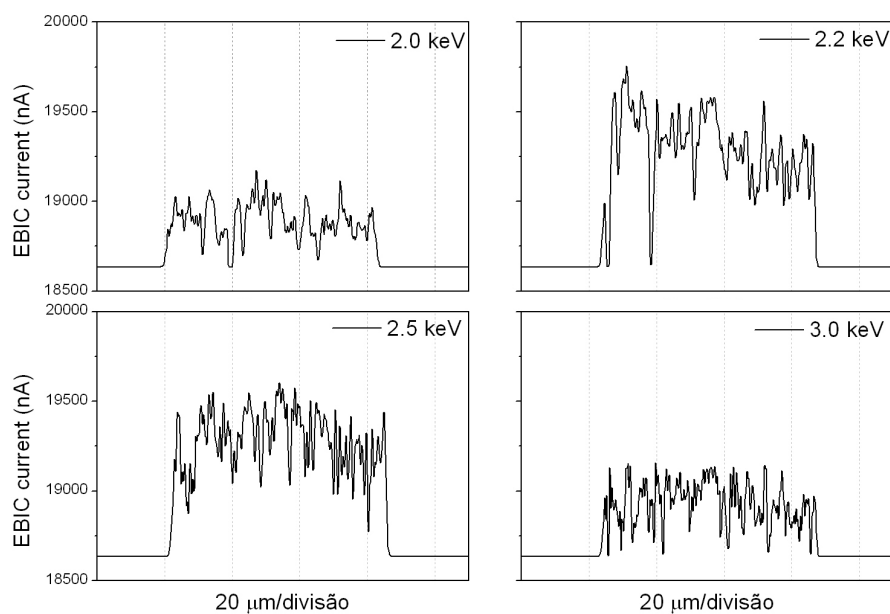
**Fig. 4.10:** Imagem de MEV no modo EBIC da amostra  $S_4$  com energia de feixe 2,5 keV.

As energias utilizadas no feixe de elétrons amostram o sinal EBIC tanto na superfície da amostra como as regiões no interior da amostra, mas próximas da superfície, onde está localizada a junção p-n. Desta forma, o contraste no sinal de EBIC pode ser interpretado como sendo uma manifestação tanto dos defeitos de superfície quanto das vacâncias geradas pela implantação de Ga no material.

Foram adquiridos perfis quantitativos EBIC, com o feixe de elétrons cruzando a região implantada mostrada na Figura 4.10. Nestas medidas, apresentadas na Figura 4.12, a energia de aceleração do feixe de elétrons foi ajustada nos valores de 2, 2,2, 2,5 e 3 keV e a corrente foi mantida constante em cada energia. Observa-se que a corrente induzida é maior na energia de feixe 2,2 keV, sugerindo que nesta energia a profundidade amostrada pelo feixe de elétrons deve estar relacionada com zona de depleção da junção p-n. Observando-se a Figura 4.3 verifica-se que esta é a mesma energia onde a intensidade de emissão de raios X característicos do elemento Ga é máxima, sugerindo uma correlação positiva entre os dois tipos de sinais.



**Fig. 4.11:** Resultado das simulações TRIM informando sobre os danos causados no alvo considerando a implantação de íons de Ga com 5 keV em Si.



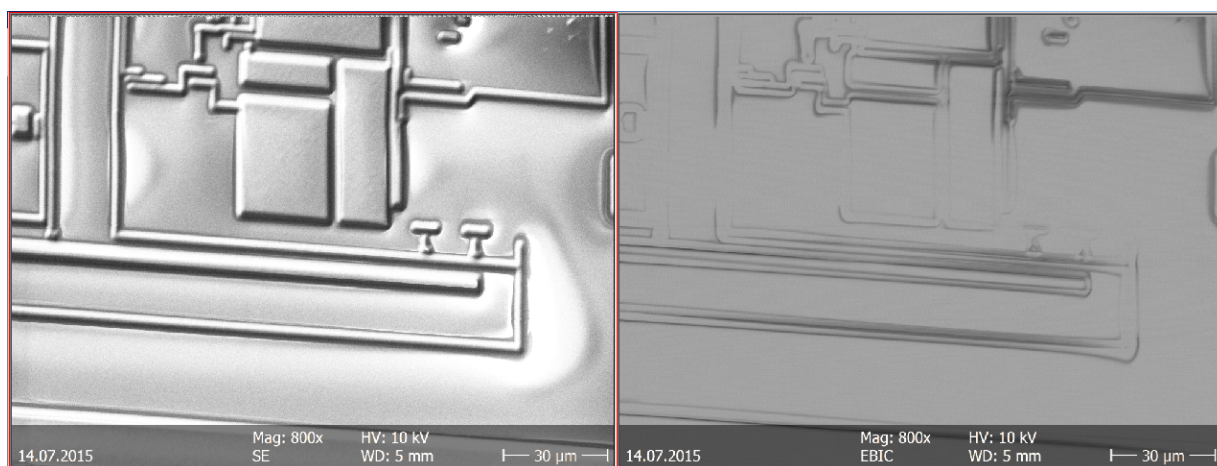
**Fig. 4.12:** Medidas da corrente de EBIC com energia do feixe de elétrons de 2,0 , 2,2 , 2,5 e 3 keV.

## 4.4 Circuito Integrado

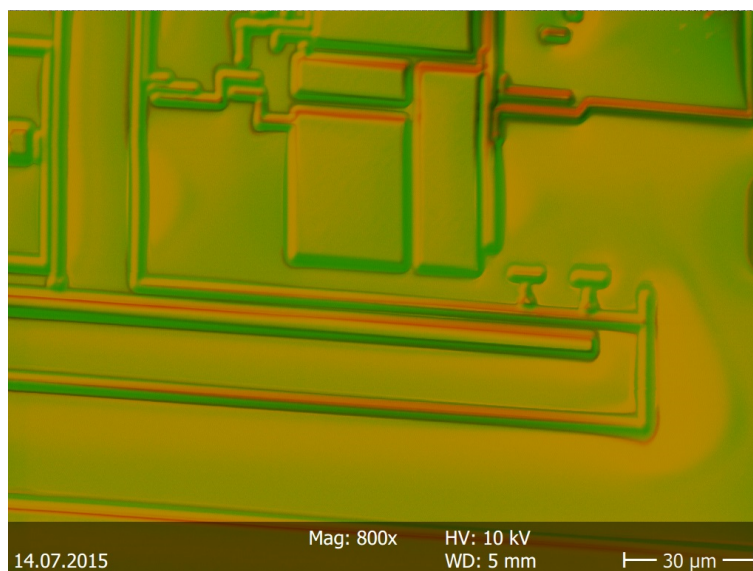
A Figura 4.13 apresenta uma imagem de MEV no modo de elétrons secundários e de EBIC de um circuito integrado cedido pela Empresa CEITEC. A imagem no modo SE mostra as diferentes estruturas de uma parte do circuito, que são aparentes na superfície da amostra. A imagem de EBIC indica as regiões eletricamente ativas. Quando se realiza

uma superposição dos sinais (Figura 4.14) nas cores verde para o sinal SE e laranja para o sinal EBIC, verifica-se que não existe uma correlação positiva em todas as estruturas observadas. Em alguns casos, a cor verde aparece sozinha. Nestes casos, interpretamos que o sinal de corrente gerado nestas estruturas não alcança a ponteira pois não há conectividade. Em outros casos, o laranja aparece sem superposição com o verde. Neste caso, a corrente elétrica observada é atribuída a conexões que estão enterradas no circuito. A corrente elétrica gerada chega na ponteira, mas os elétrons secundários gerados estão tão abaixo da superfície que são totalmente absorvidos em seu caminho ao detetor. Os casos de correlação positiva entre os sinais SE e EBIC indicam a presença de estruturas que apresentam corrente induzida e estão na região da superfície da amostra.

Este resultado exemplifica uma das possíveis aplicações da técnica EBIC no controle de qualidade de circuitos integrados, permitindo visualizar eventuais rompimentos nas trilhas do circuito. Uma vez que se pode amostrar diferentes profundidades do circuito através da variação da energia do feixe de elétrons, a técnica de EBIC permite ampliar e analisar a conectividade de componentes do circuito em diferentes profundidade abaixo da superfície.



**Fig. 4.13:** (a) Imagem de MEV no modo de elétrons secundários; (b) Imagem de MEV no modo EBIC de circuito integrado da empresa CEITEC.



**Fig. 4.14:** *Imagem mista de elétrons secundários (verde) e EBIC (laranja) de circuito integrado da empresa CEITEC.*

## Capítulo 5

# Conclusões e Perspectivas

Este trabalho de conclusão de curso propôs como objetivo a realização de procedimentos iniciais para a operacionalização do sistema de medição EBIC disponível no laboratório de conformação nanométrica do IF/UFRGS. Tais procedimentos incluíram o treinamento no uso do sistema de duplo feixe (MEV/FIB), no uso da técnica EDS, na operação do dispositivo nano manipulador e na operação do sistema EBIC; o estudo dos princípios físicos associados às técnicas; preparação, produção e caracterização de amostras e utilização dos softwares de apoio CASINO e TRIM para interpretação de resultados. Tais etapas contemplam a metodologia científica que serviu de base para a elaboração deste trabalho.

Os resultados das medições EBIC das amostras implantadas com gálio apresentaram contrastes associados a presença de defeitos induzidos pela irradiação. Medidas do sinal EBIC variando-se a energia de aceleração do feixe de elétrons, para avaliação da intensidade de corrente induzida em diferentes profundidades da amostra, indicam o potencial da técnica para quantificar a profundidade em que junções p-n estão localizadas.

Foram realizadas varreduras do feixe de elétrons em linha para a aquisição de corrente induzida cruzando lateralmente as regiões implantadas com Ga e comparando com regiões não modificadas pela implantação, indicando alteração nas propriedades elétricas do semicondutor causadas pela implantação.

### Perspectivas

A principal motivação científica e tecnológica da implementação da técnica EBIC é a possibilidade de caracterizar as propriedades elétricas de semicondutores em escala micro ou nanométrica. A técnica EBIC é não-destrutiva em comparação com outras técnicas disponíveis e apresenta grande potencial para a caracterização de circuitos integrados, atuando no seu controle de qualidade. A técnica permite visualizar conexões rompidas,



partes do circuito que estão isoladas ou conectividade de regiões mais profundas do circuito pela variação na energia de aceleração do feixe de elétrons.

Possíveis tópicos a serem abordados em trabalhos futuros incluem:

- Quantificação precisa da profundidade de localização da junção p-n em materiais semicondutores, estudando amostras implantadas com diferentes energias;
- Execução de desbastes controlados com o feixe de íons para a produção de trincheiras na região das junções p-n e medição do sinal EBIC na área seccional do corte;
- Avaliação das amostras implantadas com diferentes doses para verificar o efeito da concentração de íons implantados na intensidade do sinal de corrente induzida;
- Determinação de difusividade de portadores;
- Determinação do comprimento de difusão;
- Caracterização EBIC de células solares e detectores;
- Instalação de sistema amplificador tipo *lock-in* para levantamento de curvas I-V;
- Avaliação de controle de qualidade de circuitos integrados.

# Referências Bibliográficas

- [1] ASHCROFT, N. W. and MERMIN, N. D., Solid State Physics, Saunders, 1976.
- [2] KITTEL, C., Introduction to Solid State Physics, 7th Ed., Wiley, 1996.
- [3] REZENDE, Sergio M. Materiais e Dispositivos Eletrônicos. 2.ed. São Paulo: Editora Livraria da Física, 2014.
- [4] GOLDSTEIN, J., NEWBURY, D.E., JOY, D.C., LYMAN, C.E., ECHLIN, P., LIFSHIN, E., SAWYER, L., e MICHAEL, J.R.. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. New York: Kluwer Academic/Plenum, 2003
- [5] HANOKA, J. I. e BELL R. O. Electron Beam induced Currents in Semiconductors *Annu. Rev. Mter. Sci.* 1981.11:353-380
- [6] LEAMY, H. J. Charge collection scanning electron microscopy. *Journal of Applied Phisics* 1982. 53:R51-R80.
- [7] ZEGHBROECK, B. Principles of Electronic Devices, 2011. Disponível em:

<http://ecee.colorado.edu/~bart/book/book/contents.htm>

Acesso em 10/12/2014.

- [8] Texto sobre o prêmio Nobel de Física de 2014 disponibilizado pela *Royal Swedish Academy of Sciences* em:

[http://www.nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/2014/popular-physicsprize2014.pdf](http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/2014/popular-physicsprize2014.pdf)

Acesso em 02/12/2014.

- [9] Laboratório de Filmes finos da USP: <http://fap.if.usp.br/lff/> Acesso em 14/06/2015.
- [10] SUVOROV, V., HÖSSINGER, A., DJURIC, Z. e LJEPOJEVIC, N.. A novel Approach to Three-Dimensional Semiconductor Process Simulation: Application to Thermal Oxidation. *Journal of Computational Electronics* 2006. Vol. 5, Number 4.
- [11] DAVIDSON, S. M., DIMITRIADIS, C. A. *Journal of Microscopy*, 1980. 118:275-90.
- [12] PARISH, C., BATCHELOR, D., PROGL, C. e RUSSEL, P.. Tutorial: Electron Beam-Induced Current in th Scanning Electron Microscope. *Microscopy and Analysis*,2007. 21(5):11-13.
- [13] DONOLATO, C. On the analysis of diffusion length measurements by SEM. *Solid State Electron.* 1982. 25:1077-1081.
- [14] ARSTILA, T. HANTSCHHEL, T, SCHULZE, A. VANDOOREN, A., VERHULST, A.S, ROOYACKERS, R. e EYBEN, P. Nanoprober-based EBIC measurements for nanowire transistor structures. *Microelectronic Engineering*2013.105:99–102.
- [15] SEKIGUCHI, T., SHEN, B., WATANABE, T. e SUMINO, K. EBIC study on the electrical activity of stacking faults in silicon. *Materials Science and Engineering*1996. B42: 235-239, 1996
- [16] MENG, L. STREET, A.G., PHANG, J.C.H., e BHAIA, C.S. Application and modeling of single contact electron beam induced current technique on multicrystalline silicon solar cells. *Solar Energy Materials & Solar Cells* 2015. 133: 143–147.
- [17] LAUSCH. D, WERNER, M., NAUMANN, V., SCHNEIDER, J., HAGENDORF, C. Investigation of modified p-n junctions in crystalline silicon on glass solar cells. *Journal of Applied Physics*2011. 109.
- [18] BAIER, N. BRAMBILLA, A., FEUILLET, G., LOHSTROH, A., RENET, S. e SEL-LIN, P. EBIC and IBIC Imaging on Polycrystalline CdTe. *Nuclear Instruments and Mehods in Physics Research* 2007. A 576: 5-9.
- [19] HOWES, J. H. Ion implanted p-n junctions in Near Intrinsic n-Type Silicon for Nuclear Particle Detectors. *Ion Implantation in Semiconductors* Springer Berlin Heidelberg, 1971. 414-419

- 
- [20] ZIEGLER, J.F. TRIM (the Transport of Ions in Matter) disponível em [www.srim.org](http://www.srim.org)
- [21] Manual do software DISS5 da empresa Point Electronic.
- [22] Manual do Nano manipulador AutoProbe 200 da empresa Omniprobe.
- [23] CASINO (monte CARlo SIMulation of electroNs in sOlids) disponível em [www.gel.usherbrooke.ca/casino](http://www.gel.usherbrooke.ca/casino)
- [24] VASCONCELLOS, M.A.Z., SOARES, M.R.F., HINRICHS, R. Layered structure of friction films revealed by the comparison between multi-energy X-ray microanalysis and Monte Carlo simulations. *Wear.* 294-295 2012 347-355.

