

## 3 Procedimento experimental

### 3.1. Organometalic Vapor – Phase Epitaxy (OMVPE)

Pela técnica de crescimento OMVPE é possível crescer heteroestruturas, QWs e super-redes, lasers, moduladores, fotodetectores. O desenvolvimento da técnica de crescimento OMVPE começou com o trabalho de Manasevit (1968)[44] e de Manasevit e Simpson(1969) [45]. Os autores cresceram um monocristal de GaAs sobre um isolante, o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Logo em seguida, eles cresceram ligas binárias (GaAs, GaP) e ternárias ( $\text{GaP}_x\text{As}_{1-x}$ ,  $\text{GaAs}_x\text{Sb}_{1-x}$ ) sobre substrato de GaAs. No crescimento epitaxial foram utilizados organometálicos e hidretos como fontes dos elementos do grupo III e V. Cristais com qualidade para dispositivos foram crescidos por OMVPE no final de 1970. Dupuis e Dapkus (1978) [46] relataram o primeiro laser de heteroestrutura dupla  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As} / \text{GaAs}$  operando no contínuo a temperatura ambiente, crescido por OMVPE.

O OMVPE opera sob pressões da ordem de até 20 mbar sob um fluxo de gás viscoso. O padrão de fluxo segue as leis da dinâmica de gás a qual está em claro contraste a natureza de feixe dos sistemas de alto-vácuo.

O fluxo viscoso dos gases nos sistemas OMVPE necessita que a câmara de reação possua uma forma suave, i.e. sem quinas nem volumes estagnantes. Tais volumes estagnantes são definidos como tendo uma velocidade de gás nula ou bem pequena. Um reator típico de um sistema OMVPE é mostrado na figura 3.1 a,c. As paredes do reator são tipicamente feitas de quartzo e possuem uma superfície lisa para permitir um fluxo de gás não-turbulento, laminar. As exigências para um susceptor são (i) baixa pressão de vapor para evitar incorporação do material do susceptor no semiconductor crescido (ii) alta condutividade elétrica e térmica. A grafite é freqüentemente utilizada como material para o susceptor. A alta condutividade térmica desejada para o susceptor prove uma distribuição de calor homogênea por toda a área do susceptor.

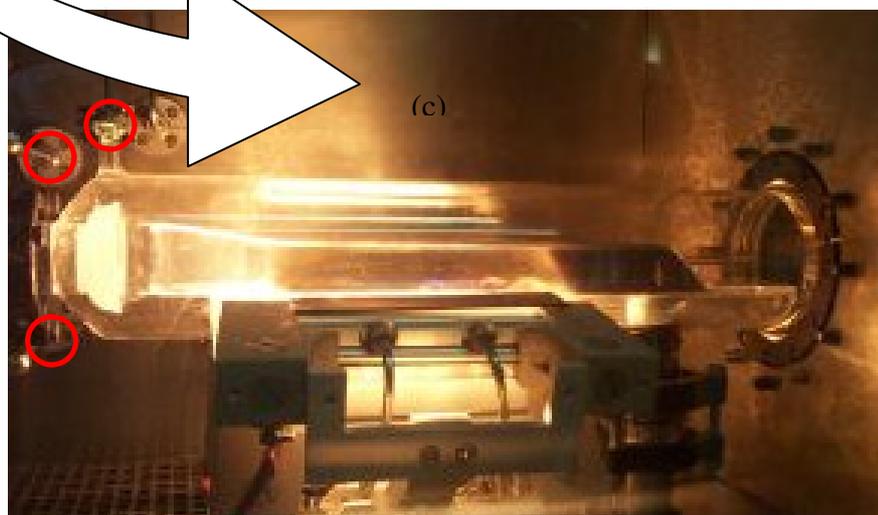


Figura 3.1 – (a) Reator típico de MOVPE, (b) Sistema lavador de gases e (c) Reator de quartzo.

O susceptor pode ser aquecido de duas formas pelo uso de radio frequência ou por irradiação de calor. Na primeira forma de maneira a induzir correntes no susceptor, o mesmo deve ser condutor. O calor induzido é devido à bobina envolta ao redor da câmara do reator. A bobina gera um campo de alta frequência dentro da câmara de reação e gera uma corrente induzida no susceptor o qual aquece resistivamente o substrato. Na segunda forma são utilizadas lâmpadas para aquecer o susceptor por irradiação e conseqüentemente o substrato.

Um fluxo laminar de gases dentro do reator é necessário para evitar o efeito de memória. O efeito de memória manifesta-se por uma ausência de abrupticidade dos perfis composicionais e de dopagem. Volumes estagnantes dentro da tubulação de gases e dentro da câmara de reação gradualmente liberam gases por um período de tempo resultando em uma inomogeneidade na interface e uma suave mudança nos perfis de dopagem. Uma redução no efeito de memória é obtido evacuando a câmara de reação, i.e. baixa pressão OMVPE. Baixa pressão OMVPE opera numa pressão de 20 mbar. Como resultado da baixa pressão a velocidade do gás dentro do reator aumenta. O aumento na velocidade do gás é vantajoso sob vários aspectos. Primeiramente, como já mencionado o efeito de memória é menos pronunciado. Segundo, a homogeneidade da composição, espessura e dopagem são melhoradas. Em terceiro lugar, as interfaces entre dois diferentes semicondutores são mais abruptas em baixa pressão.

O design vertical e horizontal de câmaras de reação tem sido utilizado. No design vertical, o fluxo de gases que entra na câmara de reação vem de cima e é fletido na superfície do substrato. No reator de design horizontal o fluxo de gases é paralelo à superfície do substrato. O substrato é exposto a um fluxo de gases mais uniforme do que na câmara de design vertical.

Os compostos químicos de partida utilizados no OMVPE são organometálicos para fornecer elementos do grupo III e hidretos para fornecer elementos do grupo V. Os compostos químicos devem satisfazer as exigências do crescimento OMVPE. Primeiramente, os produtos químicos devem se decompor termicamente na temperatura de crescimento a qual ocorre tipicamente na faixa de 500 – 800°C para o crescimento de semicondutores do tipo III - V. Se os compostos químicos são estáveis e não se decompõem na temperatura de crescimento, a incorporação na superfície do substrato não ocorre. Segundo, os compostos químicos devem ser gases ou terem uma alta pressão de vapor a temperatura ambiente. Compostos químicos gasosos são facilmente

transportados através de uma tubulação do reservatório para a câmara de reação. Compostos líquidos ou sólidos não são fáceis de transportar.

Os cilindros dos organometálicos e o sistema de tubulação do gás de um sistema OMVPE são mostrados na foto da Fig. 3.1a. Os compostos químicos de partida são diretamente introduzidos no sistema da tubulação ou são equipados com um borbulhador de um gás inerte ( $H_2$ ). Além disso, válvulas são utilizadas para abrirem ou fecharem completamente o fluxo dos reagentes. O fluxo dos reagentes e do gás de arraste é regulado ainda por controladores de pressão ou fluxo. Todos os reagentes químicos são misturados antes da entrada deles na câmara de crescimento. A pré-mistura dos compostos químicos resulta em uma composição de gás homogêneo o qual resulta em uma composição homogênea das camadas crescidas epitaxialmente.

O acionamento das fontes dos reagentes ocorre com o uso de válvulas de exaustão ou ventilação. O fluxo de gás é acionado da câmara de reação para a exaustão e vice-versa. É importante observar que o fluxo de gases nunca é desligado, mas direcionado para câmara de crescimento ou para exaustão numa taxa de fluxo constante. O propósito desse procedimento é minimizar os fluxos transientes. Os fluxos transientes usualmente ocorrem nas transições entre diferentes materiais durante o crescimento e como resultado as composições do semicondutor que está crescendo não poderão mudar abruptamente. O uso de válvulas de exaustão reduz a magnitude de tais fluxos transientes.

Os precursores da técnica de OMVPE são termicamente decompostos no susceptor quente e na superfície do substrato. Como exemplo, considera-se o TMGa.



### 3.2 Sistema MOVPE AIX-200

O reator é um tubo retangular, ou uma calha, de quartzo encapsulado por outro tubo de quartzo redondo (figura 3.1c). Ele é disposto horizontalmente e é aquecido com seis lâmpadas infravermelhas de 1200 W que aquecem o bote de grafite por baixo. Essas lâmpadas são dispostas em uma cavidade espelhada e parabólica com refrigeração a água. O sistema opera a baixa pressão (i.e. 20mbar), e o substrato é posicionado fixo em um chanfro circular sobre o bote de grafite.

Há dois tubos de aço inox, com ¼ de polegada em diâmetro externo, na entrada do reator, marcados com círculos em vermelho (figura 3.1c). O tubo de cima é utilizado para injetar uma mistura de hidrogênio com os hidretos, i.e., arsina, fosfina e silano (dopante tipo n) para dentro da câmara de reação. O tubo de baixo serve para injetar os organometálicos. Existe um terceiro tubo de aço inox, na entrada, com 1/8 de polegada em diâmetro externo, marcado com círculo em vermelho localizado mais a direita. Este tubo serve para introduzir hidrogênio na câmara externa. Esta câmara é um tubo de quartzo que serve a duas funções; previne a contaminação externa do sistema durante o crescimento, e mantém uma geometria resistente para evitar o colapso do tubo interno, i.e a câmara retangular de reação quando se abaixa a pressão. Esses três tubos têm em comum a alimentação por hidrogênio ou nitrogênio. O hidrogênio serve de gás de arraste, ou gás vetor, para os hidretos e os organometálicos. O nitrogênio é utilizado em caso de emergência para limpar o sistema dos gases tóxicos e durante a colocação ou retirada dos substratos para o crescimento.

Os principais cuidados na elaboração do sistema de fluxo de gases e seu controle são: evitar a formação de volumes estagnantes – pequenas regiões que, por não serem constantemente varridas pelo gás vetor, aprisionam os reagentes; são utilizadas válvulas com tempo de resposta rápida, para efetuar a troca dos diferentes fluxos gasosos. O rejeito gasoso, depois de sair da bomba, passará por duas colunas verticais e em série (figura 3.1b). Cada coluna tem um chuveiro com uma solução aquosa ácida (coluna A), e básica (coluna B). A função desses chuveiros é literalmente lavar o fluxo de H<sub>2</sub> dos contaminantes que não se depositaram no reator, na armadilha ou na bomba. Esses resíduos precipitarão no reservatório da coluna, liberando somente o H<sub>2</sub>, que será ventilado para fora do prédio, via uma chaminé de PVC acoplada a um sistema de exaustão.

### 3.3. O Efeito Hall

Para o uso prático, um semicondutor necessita geralmente ser dopado com impurezas que doam elétrons para a banda de condução (semicondutor do tipo n) ou aceitam elétrons da banda de valência (semicondutor do tipo p). As impurezas que produzem este efeito podem produzir um cristal onde a concentração de portadores na banda de valência e condução seja diferente. Pode-se dizer então que no caso de um semicondutor dopado, o processo de condução é devido a um tipo de portador predominante.

Em 1879 Edwin Hall descobriu que quando uma corrente passa através de um condutor, e este é submetida a um campo magnético perpendicular à corrente, uma voltagem é gerada na direção perpendicular a corrente e ao campo magnético aplicado. Tal observação, conhecida hoje como efeito Hall, surge da deflexão das cargas que formam a corrente, devido à força magnética imposta pelo campo (força de Lorentz). Analisando os resultados experimentais deste sistema, é possível determinar o sinal da carga e a densidade volumétrica dos portadores.

#### **Método de Van der Pauw para determinação da condutividade**

A condutividade de um material semicondutor,  $\sigma$ , numa medida segundo o método de dois pontos (aplicação da lei de Ohm), é dada por:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = \frac{l}{A} \cdot \frac{I}{U} \quad (3.2)$$

onde  $\rho$  é a resistividade do material e  $l$ ,  $A$ ,  $I$  e  $U$  são, respectivamente, o comprimento, a seção, a corrente e a queda de tensão entre os terminais da amostra. Este método apresenta um problema: o fato de a resistência dos contatos no semicondutor poder falsear a medida da resistividade da amostra semicondutora.

O método de Van der Pauw permite eliminar este problema. Este método permite a medida da resistividade de uma amostra plana, de forma arbitrária, que cumpra os seguintes requisitos:

- os contatos estão na periferia da amostra;
- os contatos são suficientemente pequenos;
- a amostra tem uma espessura homogênea  $t$ ;
- a superfície da amostra é simplesmente conexa, isto é, não tem buracos.

Para um semiconductor com os contactos colocados, conforme o método de de Van der Pauw, circular uma corrente elétrica e for colocado num campo magnético perpendicular à corrente, surge uma f.e.m. perpendicular à corrente – designada por tensão elétrica Hall,  $U_H$ .

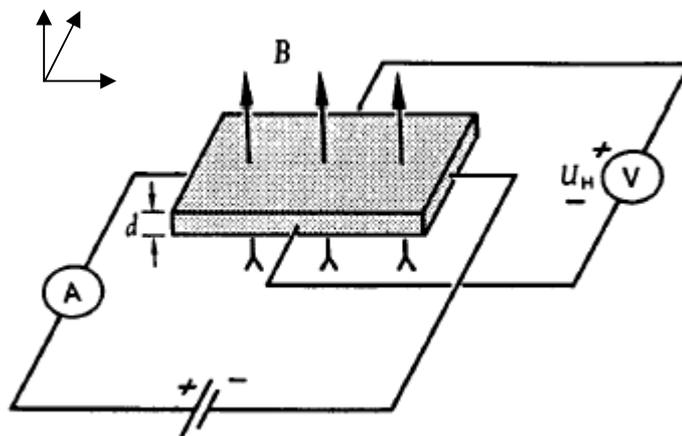


Figura 3.2 – Esquema da montagem experimental que permite a observação do efeito de Hall.

Este fenômeno é devido à força de Lorentz: os portadores de carga que originam a corrente ao longo da barra são desviados pelo campo magnético conforme o seu sinal de carga e a sua velocidade. Quando o campo é moderado, a tensão Hall  $U_H$  pode aproximar-se por

$$V_y = U_H = \frac{R_H I_x B_z}{t} \quad (3.3)$$

Onde  $t$  é a espessura da placa semicondutora,  $R_H$  é designada por constante Hall,  $I_x$  é a corrente e  $B_z$  é o campo magnético. Uma vez que cargas positivas e negativas se

movem em sentidos opostos no semiconductor, ambas são desviadas na mesma direção pelo campo magnético. Se os sentidos da corrente e do campo magnético forem conhecidas, o sinal da tensão Hall indica se a corrente é devida predominantemente a elétrons ou a buracos. Dada à convenção de sinal indicada na figura 3.2, a tensão Hall é positiva para buracos.

### 3.3.1 Sistema Hall

As medidas de resistividade Van der Pauw e efeito Hall foram realizadas a temperatura ambiente ( $T= 300K$ ) no equipamento Hallmeter modelo HL5500, da Bio-Rad, que possui um software de controle que realiza automaticamente os cálculos necessários para se chegar ao valor da concentração de portadores majoritários, bastando informar o tipo de material e a espessura da amostra.

### 3.4. Difração de Raios – X

Por volta de 1912, Max von Laue concebeu a possibilidade de realizar difração de raios X, utilizando uma estrutura cristalina como rede de difração tridimensional. As primeiras experiências foram realizadas por dois alunos de Laue, Walter Friedrich e Paul Knipping. Logo depois William Henry Bragg e seu filho William Lawrence Bragg demonstraram a relação que passou a ser conhecida como lei de Bragg fundamental (vide equação 3.4) para o estudo de estruturas cristalinas com o uso da difração de raios X.

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.4)$$

onde  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação utilizada, e  $n$  é um número inteiro.

Um feixe de raios X incide sobre um conjunto de planos cristalinos, cuja distância interplanar é  $d$ . O ângulo de incidência é  $\theta$ . Os feixes refletidos por dois planos subsequentes apresentarão o fenômeno da difração. Isto é se a diferença entre seus caminhos óticos for um número inteiro de comprimentos de onda, haverá superposição

construtiva (um feixe de raios X será observado); caso contrário haverá superposição destrutiva, i.e. não se observará qualquer sinal de raios X.

### 3.4.1 O Sistema de Difração de Raios-X

Trata-se de um difratômetro da empresa Bede modelo QC2a, onde tanto o feixe de raios X como o detector são fixos o que varia é a posição da amostra em função das variáveis angulares  $\omega$ ,  $\phi$  e  $\chi$ . Maximizando a intensidade do sinal em função dessas variáveis, tem-se um difratograma, onde o mesmo pode ser usado para avaliar a qualidade cristalina, espessura de um filme ou composição de uma liga binária, ternária ou quaternária com auxílio da Fotoluminescência.

## 3.5 Fotoluminescência

Ao ser excitado por fótons que produzem um estado de não-equilíbrio, criando pares elétron-buraco, um semicondutor tende a restabelecer o equilíbrio, com ou sem emissão de radiação. A Fotoluminescência consiste essencialmente em estudar os diversos processos radiativos de relaxação que conduzem o semicondutor fotoexcitado ao estado de equilíbrio.

Como técnica de caracterização, a fotoluminescência se mostra bastante versátil na determinação da qualidade e no estudo do material crescido. Sua versatilidade deve-se ao fato de não necessitar de preparação especial das amostras (elaboração de contatos ôhmicos), além de ser relativamente barata.

### 3.5.1 Sistema de Fotoluminescência

A fotoluminescência foi realizada numa montagem experimental na figura 3.3. Como fonte de excitação foi utilizada a raia em 514 nm de um *laser* de  $Ar^+$ . Na saída do *laser*, o feixe foi desviado por espelhos planos de alta refletividade (E 1). Após a reflexão nos espelhos, o feixe do *laser* passa por um filtro interferencial (F), escolhido de acordo com a raia utilizada, cuja função é eliminar as linhas de plasma aquecido no interior do tubo de *laser*. Passando pelo filtro interferencial, o feixe incide num espelho dicróico (E 2), isto é, um espelho seletivo que possui alta refletância para os

comprimentos de onda na região do espectro correspondente à excitação (verde) e alta transmissão para o infra-vermelho próximo, região de comprimentos de onda emitidos pela amostra. Refletido pelo espelho dicróico, o feixe é focalizado por uma lente plano-convexa de focal 80 mm na amostra (L 1). A amostra está situada no interior de um criostato de ciclo fechado de He onde a temperatura pode ser variada entre 20 e 300K. Estima-se o diâmetro da região iluminada da amostra em cerca de 200  $\mu\text{m}$ .

A luminescência emitida pela amostra, percorre o mesmo caminho óptico que o feixe de excitação, e é colimada pela mesma lente responsável pela focalização, sendo transmitida através do espelho dicróico para a segunda lente plano-convexa (L 2) de focal 100 mm, que focaliza a radiação proveniente da luminescência na fenda de entrada de um monocromador, utilizado para efetuar a análise espectral. O monocromador utilizado foi um Jobin Yvon H 250 mm com uma rede de difração de 600 linhas / mm e dispersão espectral de 60  $\text{\AA}$  / mm de abertura de fendas. A resolução depende da largura da fenda utilizada. A fenda mais larga utilizada foi de 0,25 mm o que representa uma resolução em  $\Delta\lambda$  melhor que 15  $\text{\AA}$ . Próximo à fenda de entrada do monocromador foi colocado um filtro passa alto (em comprimento de onda) cuja função é bloquear a passagem da excitação que é transmitida pelo espelho dicróico.

Como detector óptico utilizou-se um fotodiodo de Germânio resfriado por  $\text{N}_2$  líquido para estudar a qualidade ótica do InGaAs ou corroborar na determinação do percentual de Al no quaternário, o mesmo foi colocado na saída do monocromador. Foi feita a detecção síncrona com o objetivo de aumentar a relação sinal / ruído e permitir o trabalho em ambiente iluminado. Para isto utilizou-se um *chopper* mecânico cuja função é de modular o *laser* em onda quadrada em 177 Hz. O sinal de referência do *chopper* vai para a referência de um amplificador Lock-in SR 530.

A obtenção dos espectros é totalmente controlada por um computador por meio de um programa feito em ambiente Labview. A aquisição de dados se faz através de um conversor A/D da Real Time device modelo AD500.

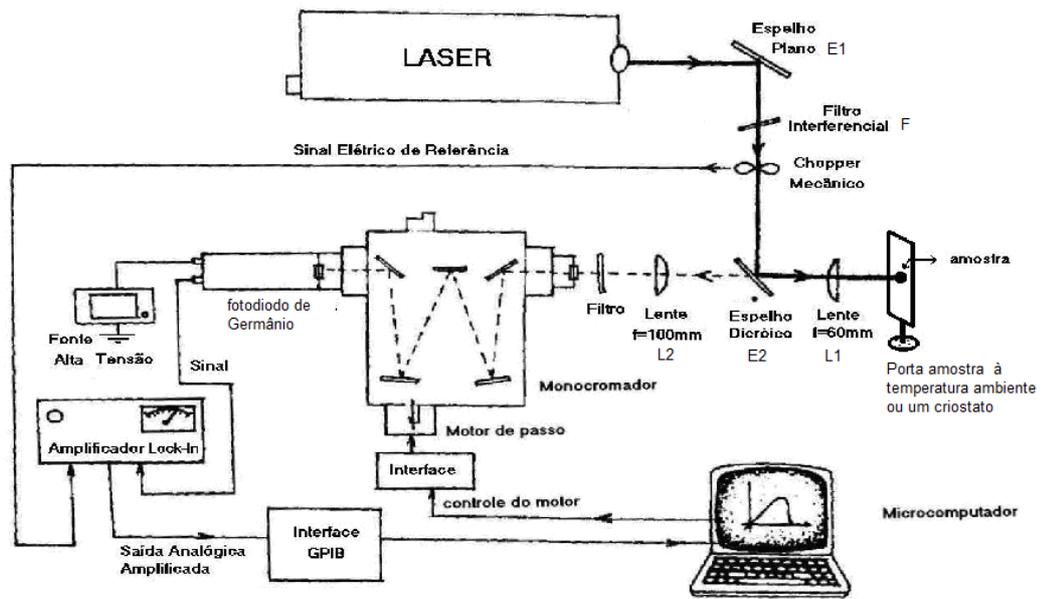


Figura 3.3 – Desenho esquemático da montagem de Fotoluminescência.

### 3.6. Microscopia de Força Atômica

O Microscópio por Força Atômica ou AFM (Atomic Force Microscopy) foi inventado por Binnig *et al* [47]. O AFM é um instrumento utilizado para medir propriedades das superfícies. O mesmo detecta a força entre a amostra e a ponta de prova numa escala atômica. Tal microscópio pode gerar imagens de amostras condutoras e não-condutoras.

#### Modos de Operação

Existem fundamentalmente três modos de operação do microscópio conhecidos como: modo de não-contato, modo de contato e modo intermitente (tapping mode).

##### *Modo de não-contato.*

No modo de não-contato, o cantilever oscila próximo à superfície da amostra. O espaçamento entre a ponta de prova e a amostra é da ordem de 10-100nm. Tal modo de operação é desejável devido ao fato de fornecer um meio para a medição de topografia com pouco ou nenhum contato entre a ponta e a amostra. Neste modo, o sistema faz vibrar o cantilever perto de sua frequência de ressonância, com uma amplitude de algumas dezenas a centésimos de angstroms. A razão de pequenas amplitudes está na dureza do cantilever (maior que do utilizado no modo de contato) e a pequena força que está presente (da ordem de  $10^{-12}$  N). Tal força é vantajosa para estudar amostras suaves e elásticas.

##### *Modo de contato.*

Nesse modo de operação a ponta de prova está perto da superfície (contato físico) em nível atômico, sendo possível obter-se resolução atômica. Devido à distância que existe entre a ponta de prova e a amostra, a interação é dominada por forças de Van der Waals repulsiva, este modo de operação é conhecido também como modo repulsivo.

Uma vez detectada a deflexão do cantilever, ela pode gerar um conjunto de dados topográficos pela operação dos modos: modo de altura constante ou modo de

força constante. No modo de altura constante a variação espacial da deflexão do cantilever pode ser utilizada diretamente para gerar o conjunto de dados topográficos, mantendo-se sua altura fixa. No modo força constante, a deflexão do cantilever pode ser utilizada como entrada do circuito de retroalimentação que move a ponta para cima e para baixo na direção z.

O modo de contato foi responsável pelo crescimento rápido no interesse pelo AFM, porém este modo apresenta duas desvantagens. A primeira consiste em que nem sempre é possível evitar a danificação da superfície da amostra. A segunda está relacionada com a carência do controle da força.

### ***Modo intermitente ou tapping mode.***

As desvantagens do modo de contato e não-contato são todas superadas pela operação no modo intermitente. Neste modo, o cantilever, no qual a ponta de prova está mantida, oscila a uma frequência perto da sua ressonância, enquanto está separado da superfície da amostra. A oscilação é conduzida por uma força constante e a amplitude da sua oscilação é monitorada. Tal amplitude é tipicamente da ordem de 20 nm a 200 nm, muito maior que no modo não-contato.

Para realização das medidas a ponta de prova é posicionada acima da superfície da amostra até que ela comece a tocar a superfície, o que reduz a amplitude da oscilação. O circuito de retro-alimentação do sistema então, mantém essa nova amplitude constante enquanto a ponta de prova oscilando, percorre a superfície.

### 3.6.1 Sistema AFM

A técnica de AFM foi utilizada para produzir micrografias de forma estudar a topografia da amostra. Determinando-se pela contagem manual a densidade planar de PQs. A homogeneidade da densidade foi garantida fazendo-se micrografia em diferentes regiões da amostra.

A partir da micrografia e um programa analisador de imagens intitulado Image Tool foi possível fazer um histograma de altura. Na elaboração do histograma de diâmetro o mesmo não se obteve êxito, devido o PQ ser do mesmo tamanho da ponta de AFM, conseqüentemente gerando uma convolução da ponta com o PQ a ser micrografado.

Qualquer que seja a origem das forças, todos os microscópios por força têm cinco componentes básicos: [47]

Uma fina ponta de prova montada num cantilever (haste) flexível;

Um modo de detectar as deflexões do cantilever;

Um sistema de retro-alimentação para monitorar e controlar a deflexão;

Um sistema de varredura mecânico (piezoelétrico) que move a amostra com respeito à ponta de prova;

Um sistema eletrônico que converte os dados medidos em imagens.

A maioria dos cantilever são microfabricados de silício, óxido de silício, nitrato de silício. Dimensões laterais típicas são da ordem de 100 microns com espessuras da ordem de 1 micron. Outro componente do AFM é o sensor que detecta as deflexões do cantilever. O sensor deve ter uma sensibilidade da ordem de sub-angstroms e deve exercer uma força desprezível sobre o cantilever. Neste trabalho o sistema de detecção utilizado foi o de deflexão do feixe. Num AFM com sistema de deflexão, a luz de um diodo laser é refletida specularmente desde a superfície do cantilever. As variações nas direções do feixe de luz refletida são analisadas por um fotodetector sensível a posição, como pode ser visto na figura 3.4.

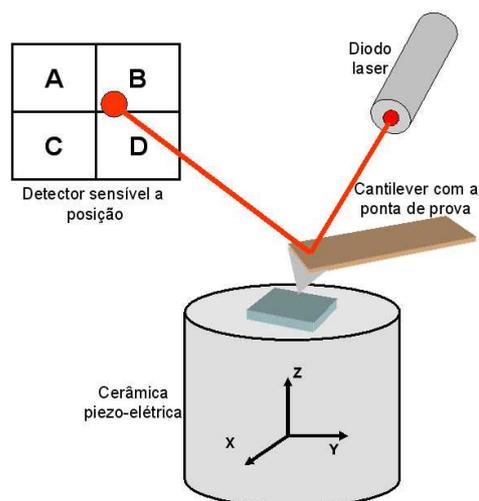


Figura 3.4 - Desenho esquemático do funcionamento do AFM.

As principais vantagens do AFM são sua alta resolução espacial ( $\sim 0.1$  nm) e forças ultra baixas exercidas sobre a superfície (tipicamente no intervalo de  $10^{-6}$  N a  $10^{-12}$  N). O AFM opera medindo a interação (força) entre a ponta de prova e a amostra. Esta interação depende da natureza da amostra, da distância entre a ponta e a amostra, da geometria da ponta e dos contaminantes sobre a superfície da amostra. O AFM utilizado foi o Tubescope III

### 3.7 Processamento do Fotodetector

O processamento do fotodetector inclui a litografia óptica, metalização, lift-off, corrosão e a micro-solda. A litografia óptica é o processo através do qual são definidos padrões geométricos sobre um material semicondutor, usando luz. É a técnica utilizada para a fabricação de padrões de pequena escala para circuitos integrados. A litografia óptica compreende inicialmente a fotogração de duas máscaras, cujo detalhamento é feito abaixo:

#### Fotogração da 1ª máscara

Esta primeira fotogração tem que utilizar um processo negativo, pois onde a luz passa haverá fotorresina após a sua revelação. Para isto foi utilizada a resina AZ - 5214. Para a fotogração do padrão sobre a amostra foram seguidas as seguintes etapas:

- a) A amostra foi mergulhada em TCE, Acetona e Álcool Isopropanol (IPA), nesta seqüência, todos quentes, durante cinco minutos cada, para limpeza.
- b) A amostra repousou durante 10 minutos numa estufa a 100<sup>0</sup>C para eliminar a umidade de sua superfície.
- c) Imediatamente após retirada da estufa a fotorresina foi espalhada sobre a superfície da amostra e homogeneizada num spinner a 4000 rpm durante 40 segundos.
- d) Após a colocação da fotorresina a amostra foi deixada sobre uma chapa aquecedora a 91<sup>0</sup>C durante 5 minutos. Esta etapa é necessária para a evaporação do solvente dando resistência mecânica à fotorresina. Esta etapa é chamada de bake.
- e) Após o tratamento térmico da fotorresina espera-se a amostra esfriar para fazer a exposição através da 1<sup>a</sup> máscara. A amostra é alinhada sob a máscara que contém o padrão a ser fotogravado sobre sua superfície e exposta á luz ultravioleta durante 29 segundos a uma potência igual a 5,5 W/cm<sup>2</sup>.
- f) A revelação é feita numa solução de 4% de KOH em H<sub>2</sub>O numa diluição de 1:4, durante 40 segundos. Após este tempo a solução reveladora foi removida com água deionizada e a amostra foi secada com N<sub>2</sub>.
- g) Limpeza no forno de plasma
- h) A amostra é mergulhada numa solução de HCl em H<sub>2</sub>O numa diluição de 1:1, durante 45 segundos, antes de fazer a metalização, para eliminar óxidos da superfície da amostra. Após este período de tempo a amostra é mergulhada em água deionizada para eliminar a solução ácida, secada com N<sub>2</sub> e colocada dentro da câmara da metalizadora cujo vácuo foi iniciado imediatamente.
- i) Por meio de uma Evaporadora por feixe de elétrons (modelo AUTO 306 Vacuum Coater da Edwards) se faz a metalização da camada n do dispositivo, pela seguinte seqüência de metais: Ti (10 nm), Au (5 nm), Ge (3 nm), Ni (10 nm) e Au (200nm).

### **Fotogravação da 2<sup>a</sup> máscara**

Protege-se com a fotorresina o metal que foi depositado no lado n do diodo. Para tanto se utiliza uma máscara. Com a fotorresina protegendo a metalização, a amostra e

corroída de forma a termos diodos discretos. A corrosão deve ser feita de forma a atingir a camada tampão N do diodo depositada sobre o substrato.

Para corrosão foi utilizada uma solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$  com agitação magnética na seguinte proporção (1:1:100) para atacar as ligas InGaAlAs, InGaAs e outra solução de  $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{HCl}$  na seguinte proporção (3:1) para atacar o InP.

A seguir nas figuras 3.5 e 3.6 se têm os modelos das máscaras utilizadas.

### 1ª Máscara:

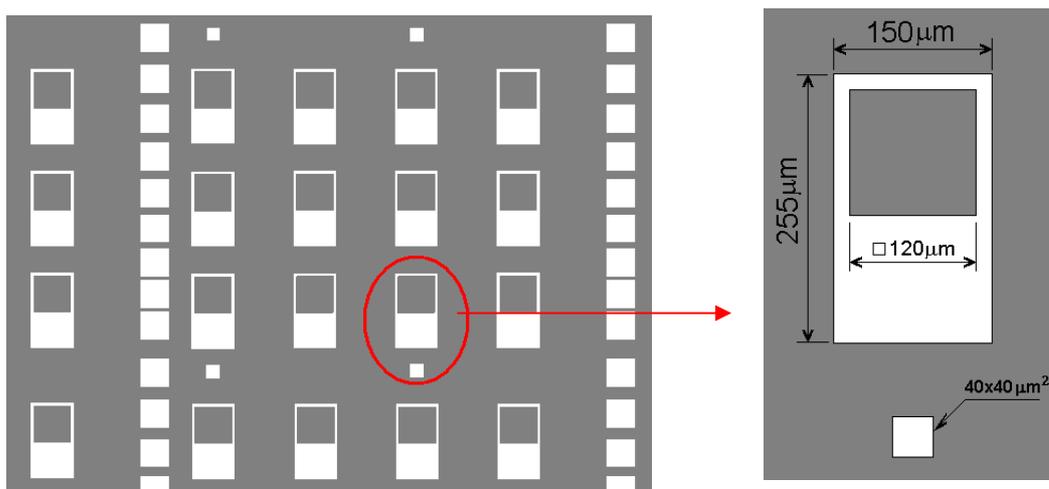


Figura 3.5 – Layout da 1ª máscara. [48]

### Descrição:

Utilizada apenas no processamento tipo 1, o objetivo dessa máscara é a preparação da superfície da amostra para a metalização do contato elétrico superior de cada fotodetector, que consiste num retângulo de  $150\mu\text{m} \times 255\mu\text{m}$  com uma janela óptica de  $120 \times 120\mu\text{m}^2$  (por onde passa a radiação incidente). Também são metalizadas sobre a amostra colunas de 9 quadrados para medidas de resistência de contato (avaliação da qualidade do contato), assim como pequenos quadrados de  $40 \times 40\mu\text{m}^2$  que são apenas figuras de alinhamento para a litografia seguinte, não exercendo função alguma no dispositivo final.

## 2ª Máscara:

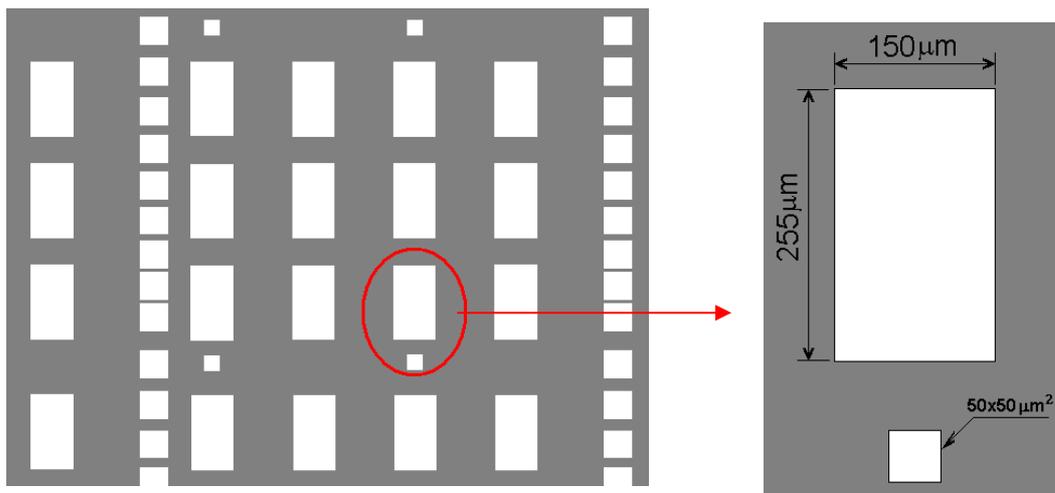


Figura 3.6 – Layout da 2ª máscara.[48]

### Descrição:

Utilizada apenas no processamento tipo 2, o objetivo dessa máscara é a preparação da superfície da amostra para a metalização do contato elétrico superior de cada fotodetector, que consiste num retângulo de  $150\mu\text{m} \times 255\mu\text{m}$  (nesse dispositivo a radiação incide pelo lado de baixo, atravessando a amostra e sofrendo reflexão quando atinge a grade de difração). Também são metalizadas sobre a amostra colunas de 9 quadrados para medidas de resistência de contato (avaliação da qualidade do contato). Os pequenos quadrados de  $50 \times 50\mu\text{m}^2$  são utilizados como referência de alinhamento com os quadrados metalizados sobre a amostra (provenientes da 1ª máscara), para então se executar a exposição à radiação UV.

### Lift-off

O Lift-off consiste em simplesmente colocar a amostra em acetona (de preferência quente) e retirar a fotorresina cuidadosamente por meio de um cotonete, removendo-se a camada de Au depositada sobre a amostra. Após a acetona é colocada em isopropanol e depois secada sob fluxo de  $\text{N}_2$ .

## Microsolda

Para fazer a medida de fotocorrente é preciso conectar os contatos da amostra aos terminais de uma submontagem através da qual a fotocorrente será medida. Isto é feito por meio de uma microsolda da amostra à submontagem. Esta etapa foi realizada em uma microsoldadora Thermosonic gold ball bonder modelo 4124 da Kulicke and Soffa utilizando um fio de Au com impurezas de Ge de 17  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Neste tipo de micro-soldadora é necessário que antes de realizar a solda, a ponta do fio seja fundida e uma bola seja formada. Esta será conduzida até a superfície da amostra e aí pressionada. Através de um pulso ultrasônico, a bola será aderida sobre o metal da amostra aquecida. Realizada a solda é necessário verificar se o contato é ôhmico usando o caracterizador Semiconductor Parameter Analyzer 4145 B da Hewlett-Packard .

### 3.8 Espectroscopia de Infravermelho por transformada de Fourier [48]

Inventado a mais de cem anos atrás, o interferômetro de Michelson ainda é o principal componente dos mais modernos espectrômetros de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Ele consiste de um espelho fixo, um espelho móvel e um divisor de feixe (*beamsplitter*), conforme ilustrado na figura 3.7.

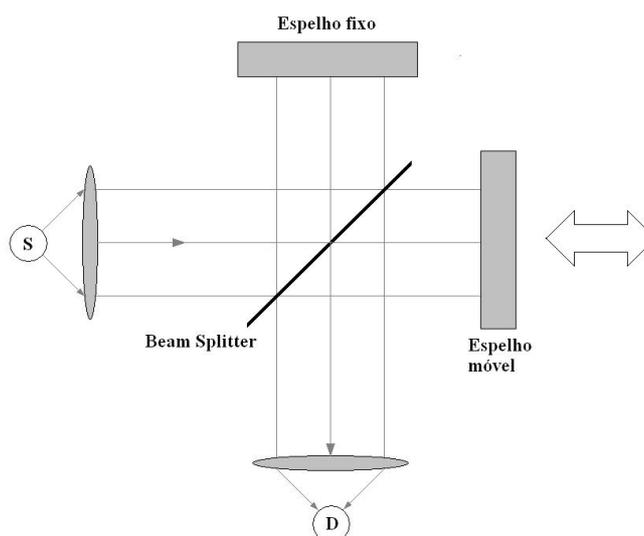


Figura 3.7 – Diagrama óptico de um interferômetro de Michelson clássico.

O beamsplitter é um material laminado que reflete e transmite a luz com a mesma intensidade. O feixe de infravermelho (IR) colimado oriundo da fonte (S) é

parcialmente transmitido para o espelho móvel e parcialmente refletido para o espelho fixo pelo beamsplitter. Os dois feixes de IR são então refletidos de volta para o beamsplitter pelos espelhos. O detector (D) então vê simultaneamente o feixe transmitido oriundo do espelho fixo e o feixe refletido oriundo do espelho móvel. Os dois feixes combinados interferem construtiva ou destrutivamente dependendo do comprimento de onda da luz e da diferença de caminho óptico introduzida pelo espelho móvel. Essa diferença é denominada retardo,  $\delta$  (cm). Para obter um interferograma  $I(\delta)$ , o sinal do detector é digitalizado e registrado como uma função do retardo. A intensidade do interferograma de uma fonte policromática é descrita pela seguinte expressão:

$$I(\delta) = \int_{-\infty}^{+\infty} B(k) \cos(2\pi k \delta) dk \quad (3.5)$$

onde  $B(k)$  é a intensidade espectral no número de onda  $k$  ( $\text{cm}^{-1}$ ).

O interferograma  $I(\delta)$  é uma onda senoidal simples quando uma fonte monocromática é usada, conforme mostrado na figura 3.8. Para uma fonte contínua (policromática),  $I(\delta)$  é uma superposição de ondas senoidais para luz IR em todos os números de onda  $k$ . Na diferença de caminho zero (ZPD) ou retardação óptica zero, todas as ondas senoidais são totalmente construtivas, produzindo uma rajada curta de sinal (*centerburst*) no centro do interferograma.

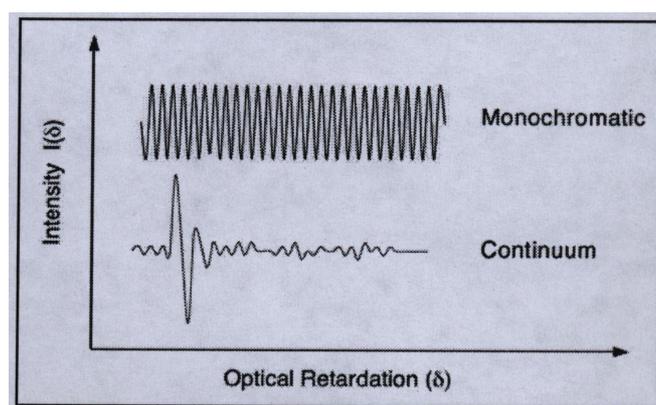


Figura 3.8 – Interferogramas senoidal e com rajada central (*centerburst*) para fontes de luz monocromática e contínua, respectivamente.

A transformada de Fourier (FT) de  $I(\delta)$  resulta no espectro IR de feixe único expresso como

$$B(k) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(\delta) \cos(2\pi k\delta) d\delta \quad (3.6)$$

Foi utilizado um espectrômetro FTIR modelo 8700, da Nicolet, para levantamento das curvas de absorção e de fotocorrente dos fotodetectores, entre 0,25 e 25 $\mu$ m.

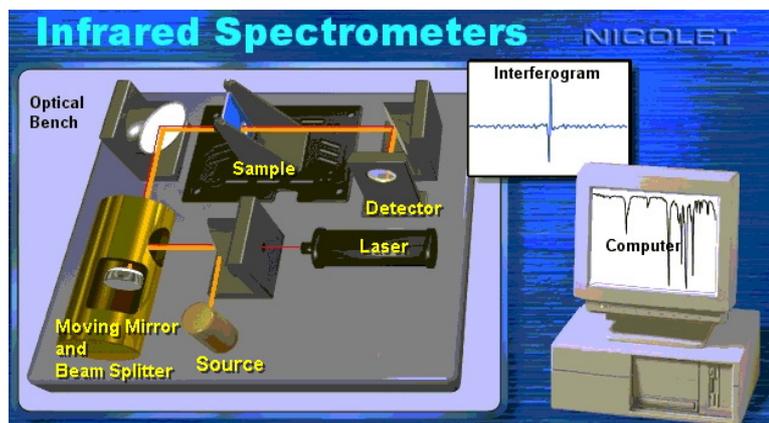


Figura 3.9 – Esquema de funcionamento interno do Espectrômetro FTIR modelo 8700, da Nicolet.

As medidas de absorção e fotocorrente foram realizadas no espectrômetro FTIR. A medida de absorção consiste basicamente em se comparar os espectros de transmissão da amostra e do substrato puro, verificando-se a faixa de comprimentos de onda em que há queda na transmissão da luz devido à presença da amostra. A medida de fotocorrente é realizada com a mesma óptica da experiência de absorção. A diferença está no fato desta experiência medir a corrente gerada pela incidência da luz sobre a amostra e não a luz transmitida.