

Relazione di stage

di Chieffalo Vincenzo presso
Università degli studi di Catania
A.A. 2006/2007

Indice

	Pagina
• Prefazione	3
• Epitassia da fase solida	4
• Impiantazione ionica	
Il processo	5
• Danneggiamento reticolare	9
• Strumentazione TRR	10
Modo di operare	11
Accorgimenti	12
Fisica della strumentazione	13
• Misure fatte in laboratorio	
Calibrazione temperatura della termocoppia	14
Misure di riflettività risolte nel tempo di due campioni	16
Conclusioni	18

Prefazione

In questa relazione di stage presento i valori di velocità di ricrescita in SPE (Solid Phase Epitaxy) ottenuti facendo delle misurazioni di riflettività tramite tecnica TRR (Time Resolving Reflectivity) di due campioni di Si cresciuti per MBE (Molecular Beam Epitaxy) su cui sono stati fatti dei drogaggi attraverso impiantazione ionica. Il primo campione è stato drogato inizialmente con $^{74}\text{Ge}^+$ e successivamente con $^{11}\text{B}^+$ mentre il secondo campione è stato drogato soltanto con $^{11}\text{B}^+$. Prima di effettuare le nostre misure di riflettività risulta nel tempo abbiamo calibrato la nostra strumentazione a causa di una differenza di valori tra la temperatura misurata dalla termocoppia in dotazione nella strumentazione TRR e la reale temperatura all'interno della camera in cui i nostri campioni sono stati ricresciuti in SPE. Ma prima di elencare i valori trovati ritengo opportuno illustrare i processi sopracitati per una migliore comprensione dei risultati trovati.

Epitassia da Fase Solida(SPE)

L'epitassia da fase solida (SPE) rappresenta il processo di crescita di un cristallo a partire da una sorgente di materiale solido. Nel caso specifico del Si con la presenza di una interfaccia di tipo cristallo-amorfo(c-a), durante una SPE ho un moto planare di tale interfaccia verso la superficie e una conseguente crescita di un monocristallo sul seme preesistente. Per il Si la transizione da fase amorfa a fase cristallina avviene anche a temperatura ambiente, ma per essere osservabile devo avere temperature maggiori di 450°C. A tali temperature ho che un certo numero di atomi passano dalla fase amorfa alla fase cristallina, per cui il processo di SPE è correlato alle caratteristiche dell'interfaccia ed è speso influenzato dalla presenza di difetti come la possibile presenza di gas inerti quali Ne, Ar o Kr che producono una diminuzione della rate di ricrescita.

La concentrazione di difetti è data dalla legge:

$$[\text{Difetti}] = N_s \exp(-G/kT)$$

dove N_s è il numero di siti in cui è possibile trovare difetti.

In presenza di difetti la rate totale di crescita è data da:

$$(R_{(t)})^{-1} = 1 - N_s/R_{(n)} + N_s/R_{(s)}$$

Se in un film amorfo ho un certo numero di difetti, eseguendo una SPE alcuni di essi possono muoversi con l'interfaccia c-a e cristallizzare, mentre se ho difetti nell'interfaccia solido-solido la rate di crescita è data da:

$$R = \frac{1}{2} N_{\text{impurities}} \exp(-G_{\text{impurità mig}}/kT)$$

Dove $N_{\text{impurities}}$ è la concentrazione di impurità per unità di area. La presenza di difetti creati con ioni del terzo e del quinto gruppo causa un aumento della velocità di ricrescita del cristallo, e interessanti risultati emergono dallo studio della SPE di $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, infatti a causa del disaccordo reticolare tra Si e Ge ho effetti di strain che possono variare la velocità di ricristallizzazione. Nel caso del SiGe rilassato la rate è data da:

$$(R_{\text{SiGe}})^{-1} = f([\text{Ge}])/R_{\text{Ge}} + f([\text{Si}])/R_{\text{Si}}$$

dove $f([\text{Ge}])$ e $f([\text{Si}])$ sono le porzioni di Si e Ge che intervengono nel processo di ricristallizzazione a condizione che $[\text{Si}] + [\text{Ge}] = 1$.

Quando un film è cresciuto in modo epitassiale su un substrato con differente parametro reticolare senza l'incorporazione di dislocazioni, il film si adatterà alla struttura del substrato mediante una distorsione del reticolo (eteroepitassia). Negli esperimenti condotti su strati di Si-Ge con una concentrazione di oltre 6% di Ge, si nota che l'effetto della deformazione del film produce una graduale rugosità dell'interfaccia che causa una rate di crescita lenta.

Altro metodo per crescere strati cristallini è l'MBE (Molecular Beam Epitaxy) che avviene tramite condensazione di fasci atomici (in condizioni di UHV, Ultra Alto Vuoto) provenienti da sorgenti scaldate per mezzo di bombardamento elettronico e per effetto Joule. Con questa tecnica si possono controllare meglio gli spessori dei campioni, la rate di ricrescita, la purezza del campione. Con l'MBE è possibile lavorare con temperature basse (400-700°C) e avere una rate di ricrescita dell'ordine di nm/min e si può controllare direttamente la crescita (ad esempio osservando i primi strati atomici tramite tecnica RHEED). Una grande difficoltà di questo apparato è la condizione di ultra alto vuoto di cui ha bisogno per operare, circa 10^{-10} mbar per far sì che il libero cammino medio degli atomi evaporati sia molto più grande della distanza che questi devono percorrere per

raggiungere il substrato su cui si devono depositare. Infatti dall'equazione di stato dei gas perfetti si ha:

$$n = P/k_B T$$

dove P è la pressione all'interno della camera e T la temperatura del substrato. Il libero cammino medio è dato invece da:

$$\lambda = k_B T / \sqrt{2} P$$

Grazie alle basse temperature, si possono costruire strati metastabili in quanto gli atomi depositati non hanno l'energia necessaria per superare le barriere energetiche e diffondere verso l'interno del campione.

I fasci molecolari possono essere generati da: cannoni elettronici o celle ad effusione, con i primi si fanno evaporare materiali con velocità di qualche Å/s, mentre con le celle di tipo Knudsen si possono far evaporare droganti con velocità di 10^{-6} Å/s.

Per amorfizzare o per drogare dei campioni cresciuti tramite MBE vengono effettuati processi di **impiantazione ionica**, mentre per osservare il fenomeno di ricrescita in SPE si usa la strumentazione **TRR** (Time Resolved Reflectivity) che verrà illustrata più avanti.

Impiantazione Ionica

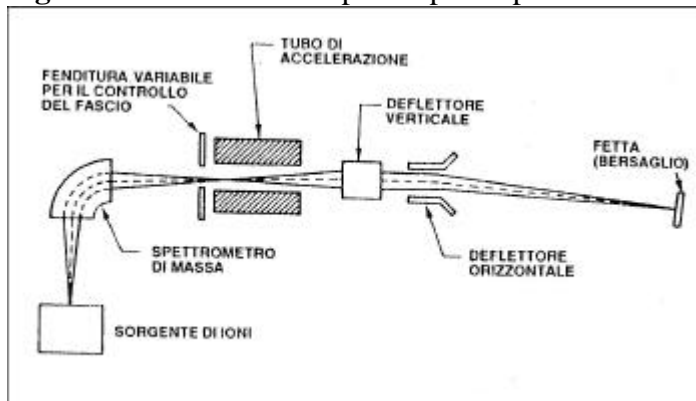
L'impiantazione ionica consiste nell'introduzione di particelle cariche (ioni) ad elevata energia in un substrato quale ad esempio il Si. Se si vuole ad esempio amorfizzare il Si lo si bombarda con ioni Si distruggendo la configurazione tetraedrica del reticolo cristallino perdendo quindi a grandi distanze le simmetrie caratteristiche della fase cristallina. Gli ioni sono indirizzati direttamente sul substrato penetrando all'interno di esso. Nel caso di droganti si possono usare ioni come P, Ge, As, B (comunemente vengono usati ioni di elementi appartenenti al 3 o al 5 gruppo della tavola periodica).

Il processo

Il processo consiste nel bombardare la superficie del substrato in una camera ove è stato praticato il vuoto con un fascio di ioni accelerati per via elettrostatica. Il processo inizia con la formazione del plasma da cui estrarre gli ioni da impiantare. Gli ioni vengono poi prelevati dal plasma e accelerati ad energie tipiche tra i 10 e i 400 keV (ma si è arrivati fino a 1 MeV) in funzione della profondità di trattamento che si vuole raggiungere. Si raggiungono concentrazioni di $10^{11} - 10^{16}$ ioni/cm². Gli ioni diffusi nel substrato si arrestano quando hanno dissipato la loro energia cinetica tramite l'urto con gli atomi del substrato stesso provocandone il loro spostamento dalla posizione di equilibrio (e quindi la deformazione del reticolo cristallino) e la formazione di numerosi difetti reticolari. Per evitare che vengano depositate impurità o particelle di dimensioni non desiderate vengono impiegati dei filtri costituiti da campi magnetici curvi che deviano dalla traiettoria prestabilita per il fascio ionico solo gli elementi considerati. I vantaggi della tecnica di impiantazione ionica sono: una temperatura di processo inferiore rispetto ai processi diffusivi e un maggiore controllo nella concentrazione e nel profilo del drogaggio. I componenti principali di un impianto per impiantazione ionica sono costituiti da:

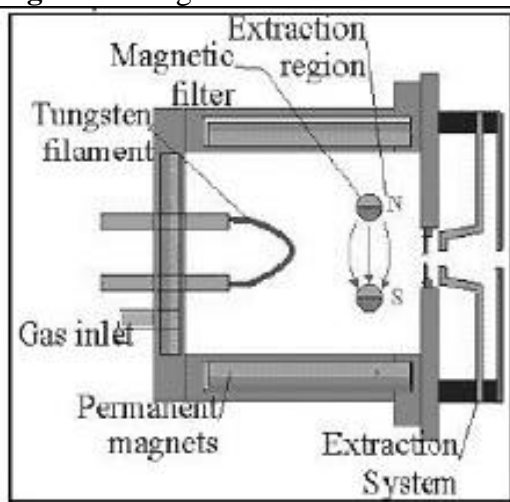
- Sorgente ionica
- Sistema di estrazione
- Sistema analizzatore ionico
- Colonna acceleratrice
- Stazione di monitoraggio
- Stazione terminale

Figura 1: Schema dell'impianto per impiantazione ionica



La sorgente ionica è il componente principale dell'impianto. La sorgente produce una limitata scarica elettrica in un ambiente ricco di gas o vapore a seconda di quale specie si vuole ionizzare. In genere gli ioni prodotti sono positivi mentre per gli impianti ad elevata energia sono richiesti ioni negativi.

Figura 2: Sorgente elettronica e sistema di estrazione

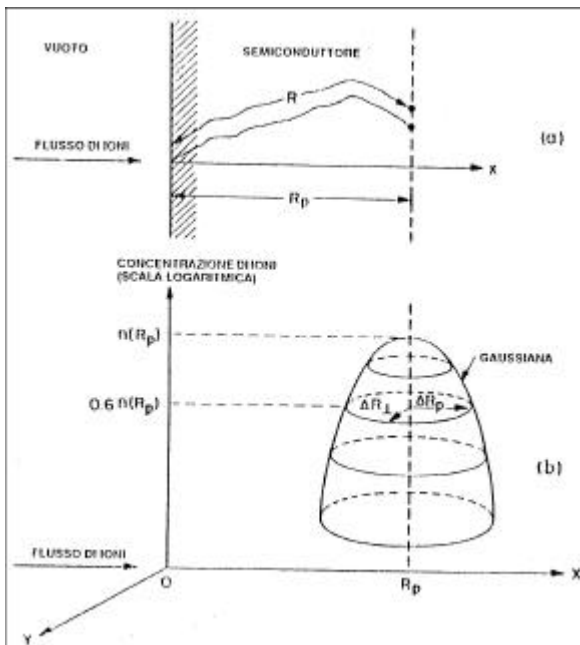


Le specie che si vogliono impiantare nel substrato sono presenti nel fascio come particelle cariche, e quindi il processo di ionizzazione è molto importante per determinare la concentrazione del fascio estratto dalla sorgente. Gli ioni positivi sono in genere generati tramite urti anelatici con elettroni ad alta energia in modo che riescano a strappare un elettrone dall'atomo da ionizzare. Una volta ionizzati gli ioni e gli elettroni formano un plasma di carica complessiva nulla che viene qui concentrato e convogliato verso il sistema di estrazione ossia l'anodo. Gli ioni, entrando in un campo magnetico, vengono deviati secondo forza di Lorenz e, se il campo magnetico è omogeneo, allora gli ioni si muoveranno secondo una traiettoria circolare di raggio r governata dalla forza centrifuga e poiché:

$$r = (2mv/q)^{1/2} (1/B)$$

gli ioni aventi massa diversa da quella impostata subiranno una deviazione diversa e quindi verranno filtrati. Successivamente gli ioni passano nella colonna acceleratrice dove è presente una differenza di potenziale che permette sia di accelerare il fascio di ioni in modo che acquisisca l'energia cinetica sufficiente al processo ed allo stesso tempo venga focalizzato tramite campi elettrici e magnetici (avendo il fascio ionico una tendenza naturale a divergere). Un tipico tubo acceleratore è costituito da una serie di elettrodi separati da isolanti. La tensione di estrazione è in

genere dell'ordine dei 10-20kV, mentre la tensione di accelerazione tra 60 ed i 120kV a seconda dell'impianto. Uno dei principali vantaggi di tale tecnica è che la densità e la velocità di emissione può essere elettricamente controllata. Tale misura viene effettuata tramite un integratore di corrente posto tra il target e la terra rilevando quindi la corrente prodotta dagli ioni incidenti. Nella stazione terminale il fascio ionico va ad incidere sul pezzo. Vi è un sistema di pompaggio per evacuare l'aria dalla camera e incrementare il cammino libero degli ioni diminuendo la probabilità di un urto con le molecole di aria. Gli ioni accelerati perdono la loro energia attraverso gli urti con gli elettroni ed i nuclei. Posta uguale ad R_i la distanza che uno ione i percorre prima di arrestarsi, la proiezione della traiettoria dello ione lungo l'asse di incidenza viene indicata con R_{pi} e, tenendo conto che il numero di collisioni per unità di profondità e l'energia spesa in ogni collisione sono variabili casuali, un insieme di ioni aventi la stessa massa e la stessa energia iniziale, mostreranno alla fine una certa distribuzione spaziale. Tale distribuzione sarà caratterizzata da una profondità media indicata con R_p . Le fluttuazioni statistiche di R_{pi} lungo l'asse di incidenza sono caratterizzate dalla varianza σ_{R_p} . Ci sono anche fluttuazioni statistiche lungo un asse perpendicolare all'asse di incidenza, caratterizzate da una varianza laterale σ_{R_\perp} .



a) Rappresentazione schematica della traiettoria di uno ione R e della sua proiezione R_p sulla verticale, b) Distribuzione bidimensionale degli ioni impiantati.

Il profilo del drogaggio effettuato può essere approssimato da una distribuzione gaussiana:

$$n(x) = \frac{S}{\sqrt{2\pi}\Delta R_p} \exp\left[-\frac{(x - R_p)^2}{2\Delta R_p^2}\right]$$

dove S è la dose ionica per unità di superficie. Questa equazione è del tutto simile all'equazione della diffusione che descrive il profilo di diffusione in presenza di una concentrazione totale costante. Nella diffusione la concentrazione massima si verifica per $x = 0$, per l'impiantazione ionica la concentrazione massima si ha alla profondità media di R_p . La concentrazione di ioni è ridotta del 40% rispetto al suo valore massimo a $(x - R_p) = \sigma_{R_p}$, di una decade a $\pm \sigma_{R_p}$, di due decadi a $\pm 2\sigma_{R_p}$, e di cinque decadi a $\pm 4.8\sigma_{R_p}$. Lungo un'asse perpendicolare all'asse di incidenza, la distribuzione è di nuovo una funzione gaussiana della forma

$$\exp(-y^2/2\Delta R_\perp^2).$$

A causa di questa distribuzione, ha luogo un'impiantazione laterale. Tuttavia la penetrazione laterale dal bordo della maschera (dell'ordine di σ_{R_\perp}) è molto minore di quella che deriva dal

processo di diffusione termica. Gli ioni che penetrano in un substrato possono essere arrestati mediante due meccanismi:

- 1) Trasferimento di energia ai nuclei del substrato
- 2) Interazione degli ioni incidenti con gli elettroni del substrato;

Il primo meccanismo produce una deflessione degli ioni incidenti e di conseguenza la dislocazione di un certo numero di nuclei del bersaglio dai loro siti cristallini. Se E è l'energia dello ione in ogni punto x lungo la sua traiettoria, si può caratterizzare il processo mediante **un potere di arresto nucleare**:

$$S_n(E) = \left(\frac{dE}{dx} \right)_n$$

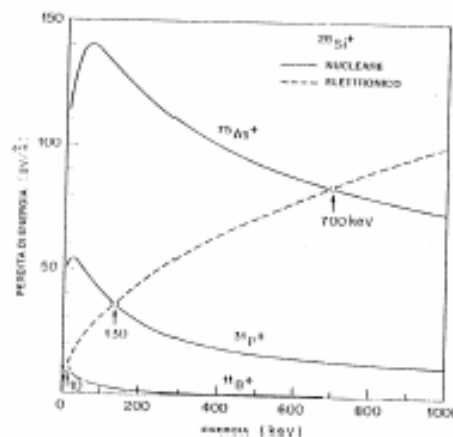
Nel secondo meccanismo, gli ioni perdono energia urtando con gli elettroni attraverso un'interazione coulombiana. Questo meccanismo è caratterizzato da **un potere di arresto elettronico**:

$$S_e(E) = \left(\frac{dE}{dx} \right)_e$$

La perdita media di energia in funzione della distanza è data dalla sovrapposizione dei due meccanismi di arresto. La distanza totale che lo ione percorre prima di fermarsi è data da:

$$R = \int_0^R dx = \int_0^{E_0} \frac{dE}{S_e(E) + S_n(E)}$$

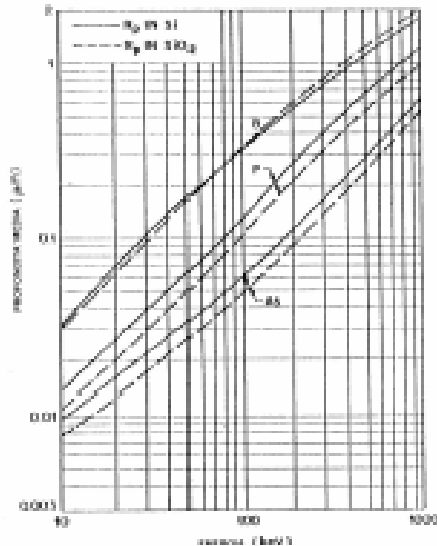
Si dimostra che il potere di arresto nucleare cresce con l'energia per basse energie, e raggiunge un massimo per valori di energie intermedie. Ad alte energie $S_n(E)$ diventa più piccola perché può accadere che le particelle veloci non abbiano un'interazione con gli atomi bersaglio di durata tale da permettere un'efficace trasferimento di energia. Gli atomi più pesanti (come As) hanno un maggiore potere di arresto nucleare, ossia producono una maggiore perdita di energia per unità di lunghezza. Il potere di arresto elettronico è proporzionale alla velocità dello ione incidente. Il potere di arresto elettronico nel silicio è rappresentato in figura:



La profondità media e la varianza possono essere determinate mediante le seguenti equazioni approssimate:

$$R_p \cong \frac{R}{1 + (m_2/3m_1)}$$

$$\Delta R_p \cong \frac{2}{3} \left(\frac{\sqrt{m_1 m_2}}{m_1 + m_2} \right) R_p$$

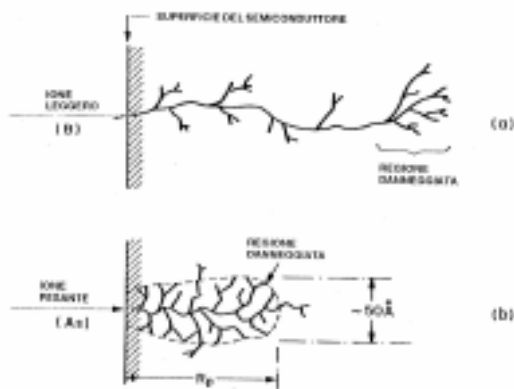


Profondità media per B, P e As in Si e SiO₂

La profondità media è tanto più bassa quanto più alta è la perdita di energia subita dagli ioni, mentre la maggior parte dei droganti più comuni hanno profondità medie maggiori nel Si che nel GaAs.

Danneggiamento reticolare

Durante il processo di impiantazione ionica, gli ioni si arrestano all'interno del substrato in seguito di urti nucleari ed elettronici. Gli urti elettronici provocano l'eccitazione degli elettroni verso livelli energetici più alti o la formazione di coppie elettroni-lacune. Gli urti elettronici non provocano spostamento di atomi del substrato dalle loro posizioni reticolari. Le collisioni nucleari possono provocare ad un trasferimento di energia tale da provocano la dislocazione di atomi di Si normalmente chiamata **danneggiamento reticolare**. Gli atomi di Si dislocati possono possedere una notevole frazione della energia incidente e possono a loro volta causare una cascata di dislocazioni secondarie di atomi vicini in modo da formare un albero di disordine lungo il cammino dello ione. Quando la concentrazione per unità di volume degli atomi ospiti spostati dai loro siti reticolari originali, si avvicina alla densità atomica del semiconduttore, il materiale diventa amorfo. L'albero di disordine per atomi leggeri è molto differente da quello che si ha per gli ioni pesanti e la maggior parte del disordine reticolare ha luogo in corrispondenza della posizione finale dello ione.



Disordine derivante da impiantazione dovuto a **a)** ioni leggeri **b)** ioni pesanti.

A seguito della impiantazione di ioni pesanti, il materiale diviene amorfo. Per fornire una stima della dose richiesta per trasformare un materiale cristallino in amorfo, si può usare come criterio il

fatto che la densità di energia sia dello stesso ordine di grandezza di quella richiesta per produrre la fusione del materiale (1021 keV/cm^3). Tuttavia sono richieste dosi più elevate ($> 10^{16} \text{ ioni/cm}^2$) per ottenere materiale amorfo con impiantazioni di B in un bersaglio a temperatura ambiente, perché il danneggiamento è distribuito in modo non uniforme lungo il cammino dello ione. Nelle regioni amorfe i parametri elettrici del materiale subiscono un serio peggioramento, inoltre la maggior parte degli ioni impiantati non si trova in siti costituzionali e per attivare gli ioni impiantati e per ripristinare la mobilità e gli altri parametri ai loro valori originali, si deve sottoporre il semiconduttore a ricottura per un tempo ed una temperatura appropriati (annealing termico).

Ho fatto delle misure di riflettività risolte nel tempo in situ durante Epitassia da fase solida (SPE, Solid Phase Epitaxy) di alcuni campioni tipo silicio amorfo su silicio cristallo, SiGe amorfo su Si amorfo, silicio drogato con boro amorfo su SiGe. Ma prima di passare ad un'analisi dettagliata sui dati raccolti, spiego su cosa si basa il TRR.

Strumentazione TRR

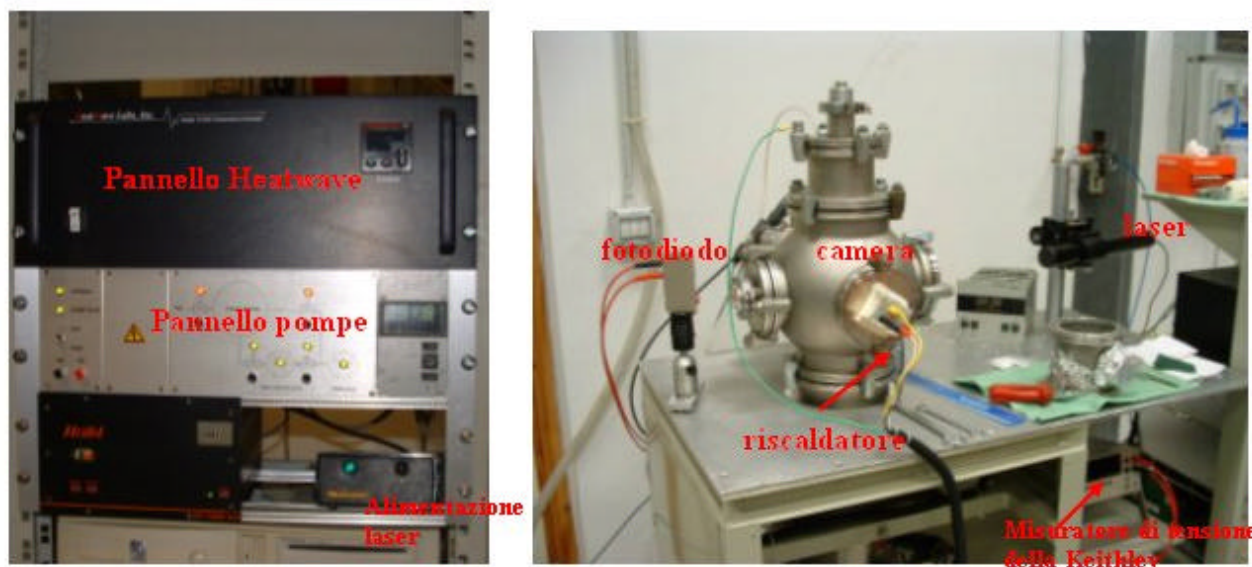
Il dispositivo di misure di riflettività risolte nel tempo (TRR), è uno strumento che, attraverso il fenomeno di interferenza tra la riflessione di luce Laser He-Ne di $632,8 \text{ nm}$ dalla superficie del campione e dall'interfaccia amorfo-cristallo, si hanno informazioni sulla velocità di ricrescita del campione in (SPE).

Componenti

Il TRR è composto da:

- Un riscaldatore dove vengono posizionati i campioni da ricrescere in SPE:
- una termocoppia è posta sul riscaldatore per controllare la temperatura;
- Una camera dove avviene la ricrescita in vuoto o in N_2 , la quale comunica con una pompa rotativa, una turbo molecolare;
- Laser He-Ne di $632,8 \text{ nm}$ di lunghezza d'onda;
- Fotodiode rivelatore connesso ad un misuratore di tensione della Keithley;
- Pannello di controllo della Heatwave labs per impostare i programmi di temperatura;
- Schema e programma di acquisizione.

L'apparato è mostrato in figura:



Modo di operare

Per prima cosa ci si deve accertare che la temperatura all'interno della camera sia circa uguale a quella dell'ambiente esterno, questo lo si vede accendendo il pannello della Heatware e visualizzando il valore della temperatura misurata dalla termocoppia. Dopo di ciò si devono chiudere le valvole di comunicazione tra la pompe e la camera e si fa entrare azoto nella camera fino a raggiungere la pressione atmosferica. Si spegne il pannello della Heatware, si staccano i cavetti di alimentazione delle resistenze del riscaldatore, si stacca la testina di lettura della termocoppia facendo attenzione a non danneggiare i contatti e si indossano i guanti. Con una chiave esagonale 13 si allentano i due ganci di sicurezza della flangia del riscaldatore, la si estrae senza inclinarla per non piegare i cavi di alimentazione della termocoppia, altrimenti cambia la calibrazione della termocoppia e, una volta estratta la flangia, la si posiziona sull'apposito supporto. Si copre l'apertura della camera con carta d'alluminio per non far entrare corpi estranei e si procede alla rimozione del precedente campione utilizzato e alla pulitura del riscaldatore. Il campione è poggiato sul piattello del riscaldatore tenuto ben saldo da due pinzette, quindi per estrarlo si devono svitare con una chiave 0.2 le due viti che fermano le pinzette e con una pinzetta si rimuove il campione spingendolo delicatamente verso il bordo del riscaldatore per staccarlo dalla pasta termica conduttrice. Con lo scotch bright si rimuove l'eventuale pasta termica residua dal riscaldatore e con un panno bagnato di alcool isopropilico si pulisce la superficie del riscaldatore facendo attenzione a non toccare la testina della termocoppia. Fatto questo si passa al posizionamento del campione mettendo prima la pasta termica conduttrice nel centro del riscaldatore per una porzione di superficie di circa 1cm^2 . con l'alcol isopropilico si pulisce la superficie del nuovo campione da fare ricrescere e con una pinzetta lo si posiziona sul riscaldatore sopra la pasta termica. Con una punta di un panno da vuoto imbevuto di alcool isopropilico si spalma la superficie del campione per amalgamare la pasta sottostante, far aderire il campione alla pasta e successivamente ripulire la superficie del campione per eliminare eventuale pasta che vi sia finita sopra. Si posizionano le punte delle due pinzette ai bordi del campione e si avvitano per fissarle facendo cura a non stringere troppo altrimenti si può spezzare il campione e facendo cura di posizzarle in modo tale da lasciare

lo spazio per il passaggio della luce del laser. Fatto questo si rimuove l'alluminio dall'apertura della camera, si inserisce il riscaldatore ruotato in modo che la luce laser passi attraverso il corridoio tra le due pinzette, si tiene la flangia per non farla cadere, si chiude la valvola "Vent" e si apre la valvola di comunicazione tra la camera e la pompa rotativa. Una volta raggiunta la pressione di $6 \text{ E-}2 \text{ mbar}$ si chiude la valvola di comunicazione rotativa-camera e si aprono quella di comunicazione rotativa-turbomolecolare e turbomolecolare-camera, si ferma la flangia con i due appositi ganci stringendoli con la chiave esagonale, si inseriscono i morsetti e la testina della termocoppia e si accende il pannello della Heatwave per controllare se la termocoppia legge la temperatura sul riscaldatore. Per iniziare le misure si accende il laser dalla levetta posta sotto il pannello del misuratore da vuoto (si vede quando il laser si attiva perché si vede la luce rossa del fascio), si accendono il misuratore di tensione della Keithley e il fotodiodo, infine si avvia il programma di acquisizione del pc. Assicurarsi con un righello che il fascio del laser che entra nell'oblò sia alla stessa altezza del foro di uscita del laser dal piano del tavolo di lavoro. Se non dovessero corrispondere si possono allineare ruotando la vite micrometrica sul porta laser e allentando la manopola posta sulla cremagliera del reggi-laser e alzare o abbassare il laser con la manopola opposta fino all'altezza desiderata per l'allineamento verticale, infine stringere nuovamente la manopola per fissarla. Posizionare la luce laser al centro del campione sotto la termocoppia, muovendo la vite micrometrica laterale del porta-laser. Posizionare la superficie contenente il fotodiodo in posizione ortogonale alla direzione del fascio laser uscente dall'oblò dopo la riflessione sul campione. Dopo aver aperto il programma di acquisizione, si possono selezionare l'intervallo di tempo tra due acquisizioni di segnale, il tempo di stop di acquisizione più lungo della durata del processo che si intende effettuare e si avvia l'acquisizione, inseriti il nome del file e la cartella di registrazione si deve procedere alla massimizzazione del segnale che riceve il fotodiodo muovendo la vite micrometrica laterale del porta-laser, poi la regolazione verticale del fotodiodo. Una volta massimizzato, ci si deve accertare che rimane costante nel tempo e che non superi i 5 V per non superare il fondo scala di 7.2 V durante la misura di riflettività, in tal caso si aggiunge carta pergamena davanti al fotodiodo per attenuare la luce del laser. Controllare la pressione in camera dal display posto in basso a sinistra e iniziare il processo con una pressione minore di $1 \text{ E-}5 \text{ mbar}$. Per impostare la temperatura per le misura TRR si deve settare il programma dal control del pannello della heatwave labs, infatti si possono memorizzare due programmi(file 1, file 2) dove si devono specificare:

File 1


- rampa di salita rapida di temperatura fino ad una temperatura di circa 30° più bassa da quella finale;
- tempo per cui si vuole stabilizzare tale temperatura;
- seconda rampa di salita di temperatura per raggiungere la temperatura finale desiderata;
- nuova rate temporale più bassa per raggiungere la temperatura finale;
- comando "hold" per confermare la permanenza della temperatura finale.

File 2

- comando "end" per terminare il riscaldamento;
- comando "off" per riportare la temperatura al valore "ambiente".

(In realtà questo programma è già impostato per raffreddare correttamente la camera quindi questi due comandi servono solo per avviare il file 2).

Accorgimenti

Stare attenti che la termocoppia legge la temperatura impostata dal file 1 guardando il display del control in basso. Se la temperatura della termocoppia si discosta molto da quella impostata si deve fermare il file 1 e far partire il file 2(lo si fa premendo prima il tasto  della Heatwave) e poi si

segue la procedura riportata sopra per il file 2). Stare attenti alla variazione della pressione all'interno della camera all'aumentare della temperatura dovuta all'evaporazione di alcuni componenti della pasta d'argento (alcuni evaporano a circa 120°, altri a 240°). Si consiglia di massimizzare nuovamente il segnale di tensione superati i 240° e quando si raggiunge la temperatura finale della prima rampa, stando attenti che il fascio laser incida sulla superficie del campione e non sulle mollette che bloccano il campione (basta con una lampadina tascabile guardare dentro attraverso l'oblò laterale). Durante una acquisizione non si deve né avviare altri programmi né cambiare l'ora del pc perché si rischia di bloccare l'acquisizione o modificare il tempo del file dei dati.

Fisica della strumentazione

Il nostro fascio laser, polarizzato TM, He-Ne ($\lambda = 633 \text{ nm}$) da 5mW è inviato sul campione ad angolo di incidenza di 75°, la luce riflessa dal campione viene rivelata da un fotodiodo e la sua intensità è portata in funzione del tempo. Ad esempio se ho un silicio amorfo su silicio cristallo, a causa del diverso indice di rifrazione tra le due fasi, la riflettività del campione è il risultato dell'interferenza tra la luce riflessa dalla superficie e quella dall'interfaccia c-a. Riscaldando il campione ho un moto di questa interfaccia verso la superficie provocando così il susseguirsi di interferenze costruttive e distruttive. Il segnale che noi misuriamo quindi è una misura diretta dello spessore dello strato ricristallizzato durante il riscaldamento del campione.

Dalle formule di interferenza dei film sottili si può ricavare la distanza d , che è la distanza di cui si deve spostare l'interfaccia a-c per avere un massimo e un minimo, infatti:

$$d = \frac{\lambda}{4n_a \cos \theta_1}$$

dove $\lambda = 633 \text{ nm}$ la lunghezza d'onda del laser, $n_a = 4,905$ (da ricordare che $n_c = 3,88 + 5 \cdot 10^{-4} T$ e $n_a = 4,63 + 5 \cdot 10^{-4} T$ dove T è dato dalla differenza tra la temperatura a cui avviene la ricrescita in SPE e quella ambiente) indice di rifrazione del silicio amorfo e θ_1 è l'angolo di incidenza della luce sull'interfaccia c-a. Questo angolo si può ricavare dalla legge di Snell:

$$n_0 \sin \theta_0 = n_1 \sin \theta_1$$

dove $n_0 = 1$ indice di rifrazione dell'aria, e $\theta_0 = 75^\circ$ angolo di incidenza della luce sul campione. Da questa relazione si ha che $\theta_1 = 8^\circ$, quindi ho che $d = 330 \text{ \AA}$.

Se ora considero il fatto che il Si-a è un mezzo assorbente, e che ho una polarizzazione lineare, non si modifica il valore di d ma si può correlare quantitativamente la riflettività allo spessore di amorfo, infatti basta sommare le ampiezze riflesse dal campione e si ha (vedi figura 1): la luce laser sul campione viene in parte riflessa (r_1) e in parte assorbita verso l'interno (t_1). Quest'ultima componente sarà anch'essa riflessa ($t_1 r_2$) e riassorbita ($t_1 t_2$), a sua volta $t_1 r_2$ sarà ancora riflessa ($t_1 r^1 r_2$) e trasmessa ($t_1 t^1 r_2$) verso l'esterno interferendo così con r_1 , continuando il ragionamento e sommando le ampiezze in uscita dalla superficie del campione ho che:

$$R = |r_1 + (t_1 t^1 r_2 e^{-2id} / 1 + r_1 r_2 e^{-2id})|^2$$

Dove d tiene conto del cambiamento di fase dell'onda nell'attraversare il Si-a:

$$d = 2s n_1 \cos \theta_1 / \lambda$$

dove s è lo spessore dell'amorfo.

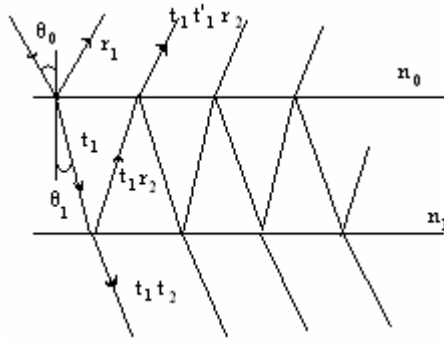


Figura 1

Grazie alle equazioni di Maxwell si ricava t_1, t_1^1, r_1 :

$$t_1 = (2n_0 \cos \theta_0) / (n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1)$$

$$t_1^1 = (2n_1 \cos \theta_1) / (n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1)$$

$$r_1 = (n_0 \cos \theta_0 - n_1 \cos \theta_1) / (n_0 \cos \theta_0 + n_1 \cos \theta_1)$$

Trovati quindi questi valori e sostituiti nell'equazione di R si può valutare l'andamento della riflettività in funzione dello spessore superficiale di amorfo. Se osserviamo l'andamento della riflettività al quadrato notiamo che le oscillazioni sono smorzate al crescere dello spessore dell'amorfo poiché la luce laser viene assorbita sempre più. Se quindi si fa un confronto tra la riflettività calcolata in funzione dell'amorfo e la differenza di tempo tra un massimo e il successivo minimo ho una misura diretta della variazione dello spessore di amorfo quindi così la velocità di ricrescita del mio campione. Si può inoltre fare un confronto tra la concentrazione del drogante e la velocità dell'interfaccia cristallo-amorfo(c-a) in funzione della profondità del nostro campione.

Misure fatte in laboratorio

Calibrazione temperatura della termocoppia

Come detto sopra, prima di procedere nelle misure di riflettività abbiamo calcolato la differenza tra temperatura reale e quella letta dalla termocoppia facendo uso di valori già conosciuti di crescita paragonate a quelle fatte da noi e trovando così l'opportuna correzione da fare ai nostri valori.

Per calibrare la nostra strumentazione abbiamo usato un campione di Si (1,0,0) di tipo Cz, cresciuto per MBE con una temperatura di 550°K e amorfizzato, tramite impiantazione ionica, con $^{74}\text{Ge}^+$ con una energia di 270 keV e una concentrazione di $3 \times 10^{15} \text{ at/cm}^2$, quindi con un picco di profondità di circa 3500Å. Abbiamo portato il campione a 3 diverse temperature misurando volta per volta la velocità di ricrescita alle diverse temperature in modo da poter fittare linearmente i dati:

Per la prima misura di calibrazione abbiamo impostato il file 1 ad una temperatura di 480° C con una rate di 20°C al minuto, e una volta arrivato a 486°C abbiamo stabilizzato la temperatura a quel valore per un minuto, dopo di che l'abbiamo fatta aumentare di altri 6° C in un minuto, in questo caso così abbiamo notato dal display che la temperatura misurata dalla Heatwave della termocoppia era di $486 \pm 0,1^\circ\text{C}$.

Per vedere realmente a che temperatura si trovava il campione abbiamo usato la formula di Arrhenius:

$$V = v_0 e^{(-E/kT)}$$

dove $v_0 = 3.1 \cdot 10^8$ cm/s, $E = 2.68$ eV, $k = 8.617 \cdot 10^{-5}$ eV/K, mentre V posso calcolarmela come il rapporto tra la distanza di cui si deve spostare l'interfaccia a-c per avere un massimo e un minimo e la variazione di tempo che ci vuole per avere un massimo e un minimo del segnale, quindi possiamo trovare la reale temperatura a cui si trova il nostro campione dalla relazione:

$$T = -E / [\ln(V/v_0)k]$$

Così facendo abbiamo calcolato che la temperatura reale è di circa $560,7 \pm 0,7^\circ\text{C}$, come si vede c'è una differenza di circa 75°C !!!

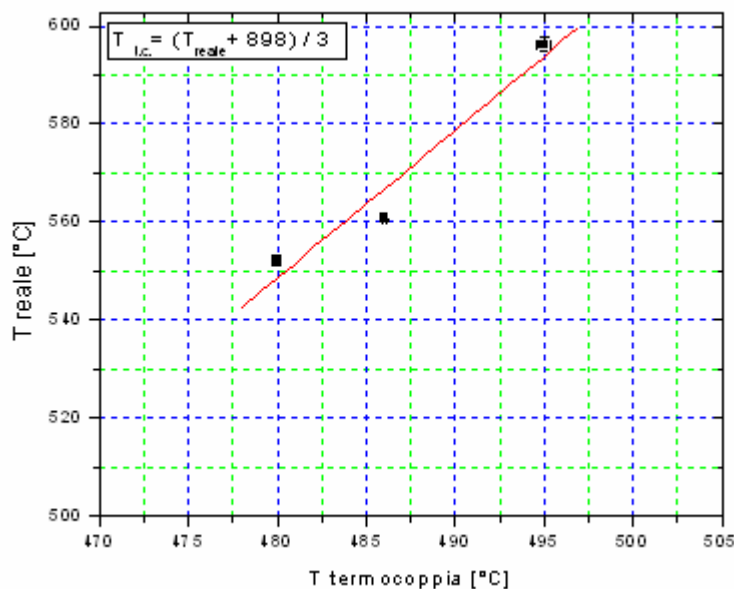
Per la nostra seconda misura di calibrazione abbiamo utilizzato una temperatura di 480°C con una rate di 20°C al minuto, l'abbiamo stabilizzata per 40 secondi per poi risalire fino a $495 \pm 0,4^\circ\text{C}$ con una rate di 6°C al minuto. Questa volta abbiamo trovato una temperatura reale di $596,24 \pm 1,4^\circ\text{C}$.

Per l'ultima misura abbiamo portato il nostro campione ad una temperatura di 474°C con una rate di 20°C al minuto, stabilizzata per un minuto e per poi salire fino a $480 \pm 0,1^\circ\text{C}$ con una rate di 6°C ogni 2 minuti, in questo caso abbiamo trovato una temperatura reale di $552,15 \pm 0,9^\circ\text{C}$.

Facendo un grafico tra i valori misurati dalla termocoppia e quelli reali calcolati da noi, abbiamo così potuto fare un best-fit lineare di questi valori visualizzando la retta di regressione ma soprattutto trovando la relazione tra temperatura reale (T_r) e temperatura della termocoppia ($T_{t.c.}$):

$$T_r = (T_{t.c.} + 898) / 3$$

Il grafico della calibrazione è riportato di seguito:



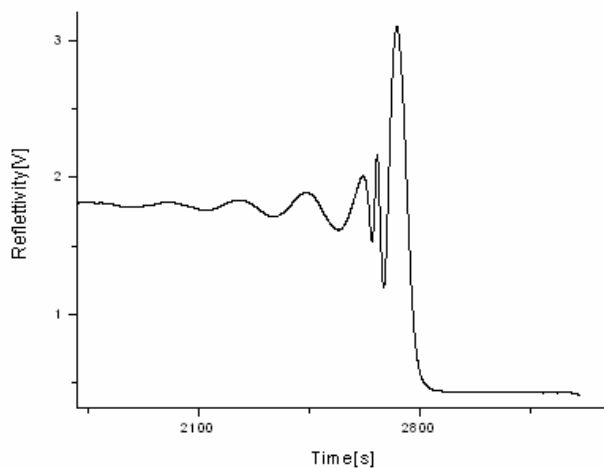
Misure di riflettività risolte nel tempo di due campioni

Fatta la nostra calibrazione, abbiamo effettuato le nostre misure di riflettività su due campioni:

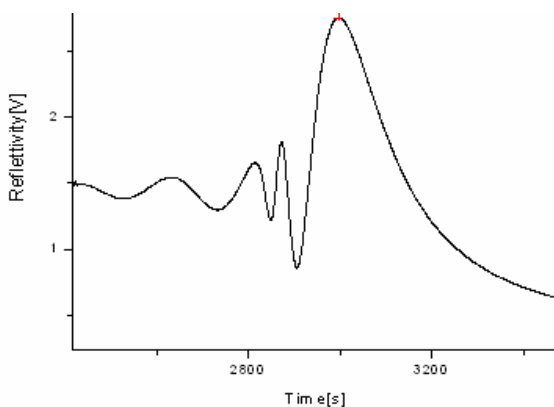
1. Si di tipo cz su cui sono stati creati 5500Å Si_a amorfizzato attraverso impiantazione ionica con Si con una energia di 250keV e una concentrazione di $2\text{E}15 \text{ at/cm}^2$ alla temperatura di circa 77°K , e successivamente è stato impiantato tramite impiantazione ionica del $^{11}\text{B}^+$ con energia di 29 keV e una concentrazione di $9,5 \text{ E}14 \text{ at/cm}^2$ e, attraverso una successiva impiantazione ionica è stato impiantato $^{74}\text{Ge}^+$ con una energia di 150 keV e una concentrazione di $1\text{E}16 \text{ at/cm}^2$;
2. Si di tipo cz su cui sono stati creati 5500Å di Si_a amorfizzato attraverso impiantazione ionica con Si con una energia di 250 keV e una concentrazione di $2\text{E}15 \text{ at/cm}^2$ ad un temperatura di circa 77°K , drogato con $^{11}\text{B}^+$ attraverso impiantazione ionica con energia di 29 keV e una concentrazione di $9,5\text{E}14 \text{ at/cm}^2$.

Dopo aver eseguito i procedimenti sopra descritti (vedi Modo di operare)per l'acquisizione dei dati di riflettività e dopo aver plottato con Origin7 tale dati abbiamo ricavato i seguenti grafici:

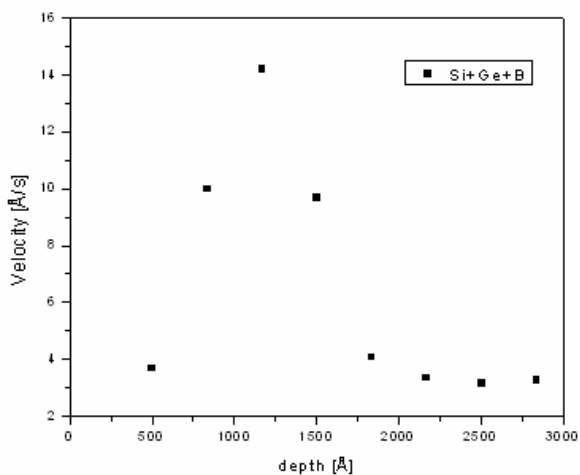
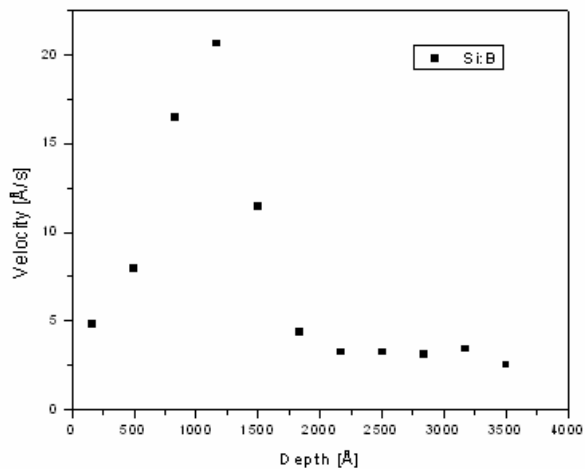
Per il campione Si:B



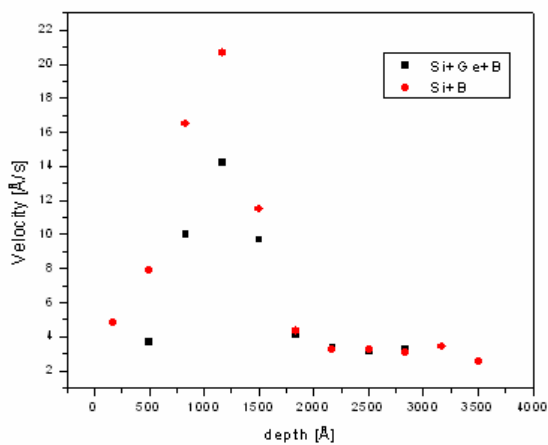
Per il campione Si:Ge,B



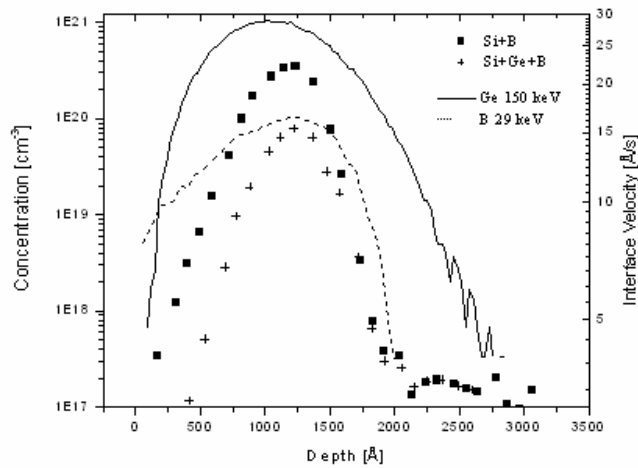
Da questi grafici utilizzando Origin7 e Matlab si possono costruire i grafici riguardanti la velocità di crescita in funzione della profondità:



Se si sovrappongono i due grafici possiamo notare come la velocità di ricrescita del Si:B sia più alta rispetto a quella con SiGe:SiB:



Infine grazie ad un programma in Matlab possiamo graficare la velocità di ricrescita in funzione della profondità e la concentrazione dei droganti in funzione della profondità:



Conclusioni

Dalle nostre misure fatte si evince che il campione con una impiantazione ionica di solo boro ha una velocità di ricrescita più alta rispetto al campione con boro e germanio in accordo con le nostre aspettative, mentre come si vede dal grafico sovrastante al di sotto di 2200Å di profondità le due velocità di ricrescita dei campioni sono pressoché uguali poiché il nostro silicio a quelle profondità è pressoché intrinseco in tutti e due i campioni quindi ha una rate di crescita corrispondente alla rate del silicio alla stessa temperatura.

Ringraziamenti

Un ringraziamento al Prof. A.Terrasi che mi ha dato l'opportunità di poter fare questo stage nel quale ho toccato con mano e ho potuto verificare sperimentalmente ciò che ho studiato nel corso di Tecnologie per l'elettronica, ma un ringraziamento particolare va al Dott. Daniele D'angelo per la chiarezza nella trattazione di argomenti a volte complessi, e per la pazienza e disponibilità dimostrata in ogni momento.