

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**Porosidade em filmes de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$: Influência da
variação da corrente de irradiação**

Trabalho de Conclusão de curso

Júlio César Rohr

**Porto Alegre, RS
2022**

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**Porosidade em filmes de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$: Influência da
variação da corrente de irradiação**

Júlio César Rohr

Trabalho de Conclusão de curso apresentado como
requisito parcial para obtenção do título de Bacharel
em Física.

Orientador:
Prof. Dr. Lívio Amaral.

Porto Alegre, RS
Outubro de 2022

Rohr, Júlio C.

Porosidade em filmes de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$: Influência da variação da corrente de irradiação / Júlio César Rohr. -- 2022.
32 f.

Orientador: Dr. Lívio Amaral.

Trabalho (Conclusão de curso) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituto de Física, Porto Alegre, BR-RS, 2022.

Porosidade, Irradiação Iônica, Corrente, Espumas Semicondutoras, RBS, Nanociência. I. Amaral, Lívio, orient.

Agradecimentos

Às minhas gatas Yumi e Mintz por todo apoio e carinho.

À minha família, que nunca me deixou faltar nada.

Ao meu psiquiatra, que conseguiu fazer eu querer ter um futuro novamente.

Ao Lívio, meu orientador, e à Raquel, que sempre estiveram ao meu lado me ensinando a ser um físico melhor.

Aos meus amigos, em especial a Júlia, que têm me ensinado a me comunicar melhor e refletir sobre as coisas que sinto.

À rede Emancipa por me proporcionar, além de ótimos amigos, a oportunidade de transmitir o que sei.

Aos técnicos do laboratório de implantação iônica que, mesmo durante a pandemia, viabilizaram o uso dos aceleradores. Da mesma forma, ao laboratório de conformação nanométrica.

A vocês e tantos outros, meu muito obrigado!

更に向こうへ
Plus Ultra!

戦え

Resumo

Neste trabalho foi analisada a influência da variação da corrente de irradiação na formação de porosidade em quatro tipos de filmes semicondutores fabricados por *magnetron sputtering*. Tendo como base um substrato padrão de Si/SiO₂, foram escolhidos para deposição filmes de InSb, GaSb, In_{0,5}Ga_{0,5}Sb e In_{0,4}Ga_{0,6}Sb, já conhecidos na literatura por sua eficácia na formação de poros perante irradiação. Após clivadas, quartetos de amostras foram sujeitos à irradiação iônica nas condições já conhecidas por provocarem a formação de poros nelas. Esse experimento se repetiu para cada quarteto com a variação de apenas um parâmetro: a corrente elétrica. Foram utilizados seis valores de correntes entre 200nA e 5μA. A análise dos resultados aconteceu com o uso da técnica *Rutherford Backscattering Spectrometry*. Através da definição de um parâmetro de porosidade P , foi possível relacionar porosidade e corrente de irradiação. Os resultados mostraram que a formação de porosidade encontra um máximo para correntes específicas.

Palavras-chave: Porosidade, Irradiação Iônica, Corrente, Espumas Semicondutoras, RBS, Nanociência.

Abstract

This work analyzed the influence of the irradiation current variation in the formation of porosity in four types of semiconductor films made by magnetron sputtering. Above a common substrate of Si/SiO₂, films of InSb, GaSb, In_{0,5}Ga_{0,5}Sb e In_{0,4}Ga_{0,6}Sb were chosen to be deposited, already known by their efficiency in nanoporous formation by irradiation. After cut, quartets of samples were exposed to ion irradiation in the known conditions of porous formation for them. This experiment was repeated for each quartet with the variation of only one parameter: the electric current. Six values of current were used between 200nA and 5μA. The analysis of the results were made by the Rutherford Backscattering Spectrometry technique. Through the definition of a new porosity parameter P it was possible to relate porosity and irradiation current. Results showed porosity formations have a maximum for specific currents.

Keywords: Porosity, Ion Irradiation, Current, Semiconductor Foams, RBS, Nanoscience.

Sumário

Lista de Símbolos	viii
1 Introdução	1
1.1 Motivação	1
1.2 Objetivos	2
2 Fundamentação teórica	4
2.1 <i>Magnetron Sputtering</i>	4
2.2 Irradiação Iônica	5
2.3 <i>Rutherford Backscattering Spectrometry</i>	6
3 Procedimentos Experimentais	8
3.1 Produção das amostras	8
3.2 Irradiação das amostras	9
3.3 Análise das amostras	10
4 Resultados	11
4.1 Simulação no programa SIMNRA 7.03	11
4.1.1 Generalidades do SIMNRA 7.03	11
4.1.2 Porosidade no SIMNRA 7.03	11
4.2 Ajuste dos espectros <i>RBS</i>	15
4.3 Parâmetro de porosidade P	19
5 Conclusões e Perspectivas	21
5.1 Conclusão	21
5.2 Perspectivas	22
Referências Bibliográficas	23

Lista de Símbolos

D	Diâmetro dos poros
F	Porcentagem de poros
P	Parâmetro de porosidade
C	Elemento Carbono
Ga	Elemento Gálio
In	Elemento Índio
O	Elemento Oxigênio
Sb	Elemento Antimônio
Si	Elemento Silício

Siglas

IF	<i>Instituto de Física</i>
LCNANO	<i>Laboratório de Conformação Nanométrica</i>
LII	<i>Laboratório de Implantação Iônica</i>
RBS	<i>Rutherford Backscattering Spectrometry</i>
UFRGS	<i>Universidade Federal do Rio Grande do Sul</i>

Capítulo 1

Introdução

1.1 Motivação

Os semicondutores da família III-V são materiais que têm despertado a curiosidade de vários pesquisadores nas últimas décadas por apresentarem um efeito não observado em outros elementos: a capacidade de se tornarem porosos quando irradiados. A porosidade, como é chamada, surge especificamente nesses materiais quando são incididos repetidamente por íons pesados em condições específicas e acaba transformando o material em uma espuma semicondutora. É conhecido na literatura [1] [2] [3] que antimonetos formados por esses semicondutores apresentam a propriedade que, quando submetidos à irradiação de íons, sua estrutura policristalina, sem perda de matéria, se transforma em material poroso, aumentando consideravelmente a área superficial. Na literatura, não se encontra até o presente um modelo que descreva com alguma abrangência os vários fenômenos que ocorrem na formação de poros, ou mesmo uma descrição mais consistente de todos os resultados experimentais conhecidos.

No entanto, cabe destacar os resultados que evidenciam que o feixe de irradiação, ao penetrar no alvo, cria algo próximo de um cilindro aquecido, que obriga a amostra a se reorganizar localmente, criando, inicialmente, bolhas. Após sucessivas interações, as bolhas acabam por se tornar poros como em uma esponja. Sendo um processo que conserva a matéria e que aumenta muito a área superficial do material, estes materiais porosos têm mostrado fortes variações de grandezas físicas tal como a resistividade elétrica quando na presença de pequenas quantidades de diferentes gases em várias faixas de temperaturas, o que os torna candidatos para atuarem como sensores.

A figura 1.1 mostra um esquemático de um íon atravessando uma amostra. Perceba que a interação pode ser separada em etapas até o momento em que há a ressolidificação do material.

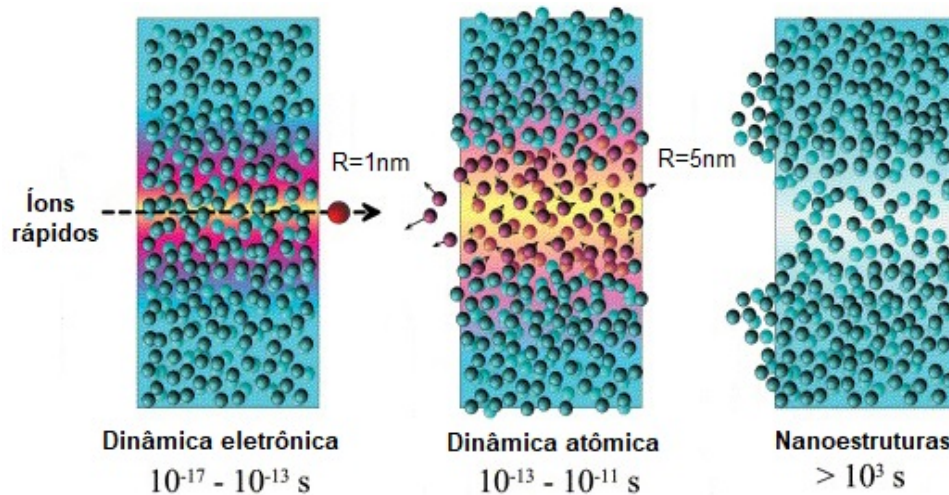


FIGURA 1.1. Esquemático de um *ion track* formado por um íon atravessando um material e a posterior reorganização atômica. ([4], adaptado)

A figura 1.2 mostra imagens de microscopia eletrônica de varredura de amostras de InGaSb irradiadas com diferentes fluências. É notório o aumento expressivo na altura dos filmes quando porosos.

No LII do Instituto de Física, o grupo que estuda semicondutores da família III-V já estudaram a dependência dos parâmetros básicos da irradiação iônica tais como: natureza do íon, energia, fluência de implantação e corrente do feixe.

1.2 Objetivos

Esse trabalho busca estudar a porosidade nos compostos semicondutores, especificamente os filmes antimonetos InSb, GaSb e InGaSb, variando unicamente o parâmetro corrente de irradiação.

Pretende-se estudar a porosidade formada através da utilização da técnica experimental *Rutherford Backscattering Spectrometry* e quantificá-la unicamente em função da corrente.

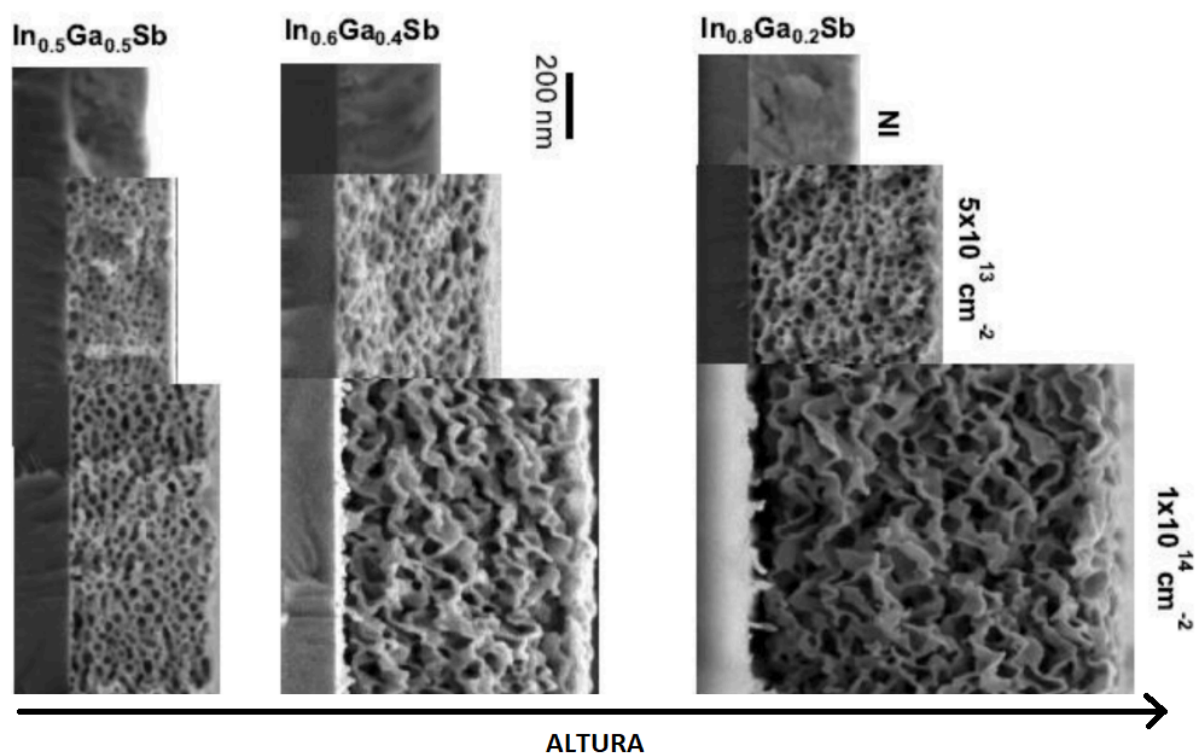


FIGURA 1.2. Imagens de microscopia eletrônica de varredura de filmes de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$ como depositados e irradiados com íons Au^{+3} de energia 16 MeV com diferentes fluências. ([1], adaptado)

Capítulo 2

Fundamentação teórica

Neste capítulo serão abordados os mecanismos físicos das técnicas experimentais utilizadas tanto para fabricação, quanto modificação e análise dos filmes.

2.1 *Magnetron Sputtering*

Magnetron Sputtering é uma técnica de deposição de filmes finos que surgiu como uma proposta de aperfeiçoamento do precursor *Sputtering*. O princípio de funcionamento do *Sputtering* é o de ejetar átomos ou moléculas de um material, denominado alvo, a partir do bombardeamento de partículas de alta energia. Os átomos arrancados, por sua vez, começam a se reagrupar no substrato, formando o filme desejado. A adição de *magnetrons* aumenta drasticamente a capacidade de ionização do processo, deixando-o muito mais rápido e menos suscetível a impurezas. [5]

Conforme a figura 2.1, o sistema basicamente consiste em uma câmara de vácuo na ordem de 10^{-3} mbar, na qual é inserido gás (geralmente argônio). É necessário que haja uma diferença de potencial na ordem de 600V contínua ou alternada em rádio frequência, dependendo da necessidade, no alvo a ser desbastado. Dessa forma, um plasma é formado próximo do alvo, separando elétrons dos íons positivos de argônio. Enquanto o argônio acelera e colide com o catodo (alvo), desbastando-o, os elétrons ficam presos pelo campo magnético gerado pelos ímãs, realimentando o processo de ionização. À medida que o processo acontece, o material retirado do alvo vai sendo depositado no anodo, que se encontra o substrato. [6] [5] [7]

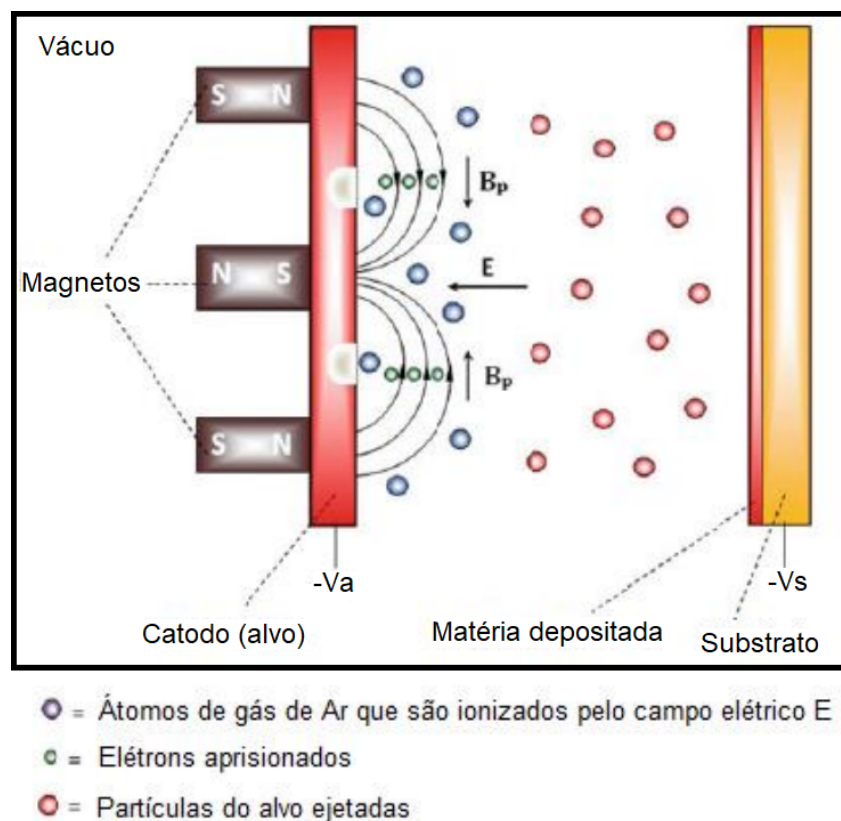


FIGURA 2.1. Esquemático do funcionamento do *Magnetron Sputtering* ([6], adaptado)

2.2 Irradiação Iônica

A irradiação iônica é uma técnica que utiliza íons pesados com alta energia que causa danos pela interação do íon com o material durante sua trajetória, havendo perda de energia no processo até o íon pesado atravessar (ou não) toda a espessura da amostra.

Os parâmetros mais relevantes da irradiação a serem otimizados são: a energia do íon, a dose, a temperatura do processo e a corrente. [8]

Durante a irradiação, as perdas de energia do alvo podem, simplificada, serem atribuídas a dois grandes mecanismos físicos: as colisões elásticas dos íons com os núcleos, gerando perda de energia nuclear, e as colisões inelásticas com os elétrons, gerando a chamada perda de energia eletrônica. A interação nuclear, apesar de menos frequente devido ao tamanho dos núcleos, é capaz de alterar a estrutura cristalina do material se houver energia suficiente para isso, iniciando assim um processo de amorfização em cascata. A interação eletrônica, por sua vez, acontece com muito mais frequência e não

geram grandes desvios na trajetória do íon devido à pequena massa dos elétrons. A grandeza que define a contribuição de cada tipo de perda de energia do material é a energia com a qual o íon está sendo irradiado, mas há também variações dependendo da natureza do íon e do material do alvo. [9] [10]

A figura 2.2 mostra a contribuição de cada tipo de perda de energia na interação de íons de Au em um alvo de InSb em função da energia dos íons de ouro.

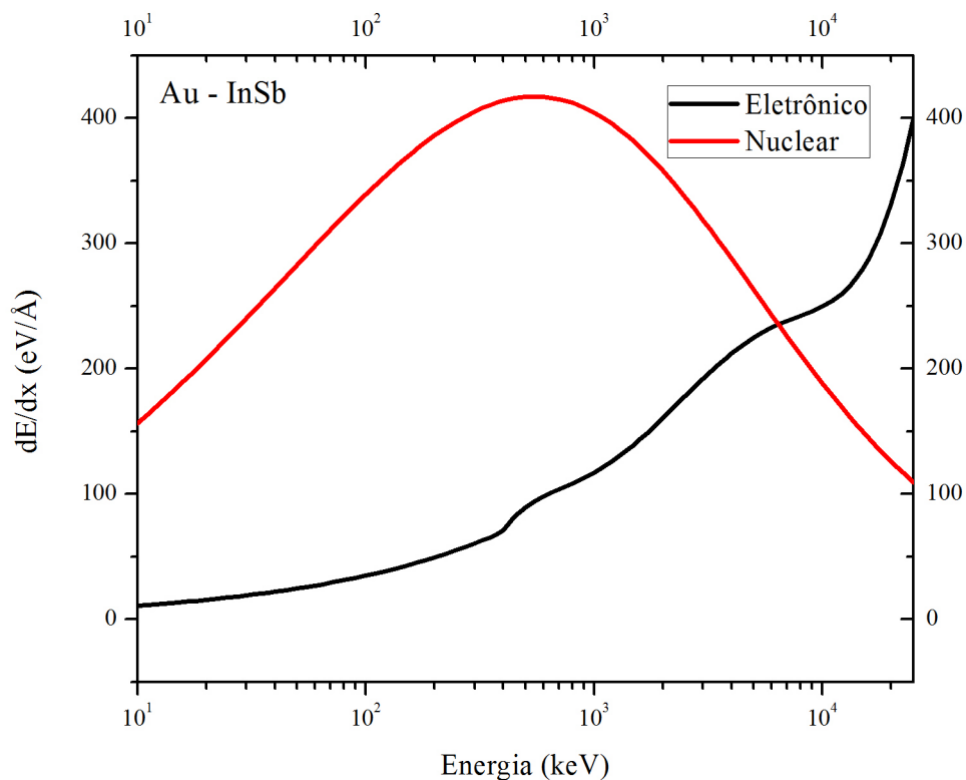


FIGURA 2.2. Perdas de energia nuclear (S_n) e eletrônica (S_e) em função da energia dos íons incidentes. Este gráfico se refere a íons de Au incidentes em InSb. [10]

2.3 Rutherford Backscattering Spectrometry

A técnica *RBS*, assim como a irradiação iônica, se utiliza de íons acelerados que, quando retroespalhados, podem ser identificados e medidos com um detector.

O princípio de funcionamento da técnica é representado no esquemático da figura 2.3. Um feixe de íons (geralmente de He) é acelerado e arremessado no alvo de forma

que haja um ângulo não nulo entre o feixe incidente e o detector. A interação nesse caso pode ser aproximada a uma dinâmica de colisões, na qual "bolinhas" de hélio encontrarão "bolinhas" de massa equivalente a massa dos átomos que compõem o alvo. A energia com a qual o íon é retroespalhado é definida por um fator cinemático calculado a partir da diferença de massas. Quanto mais o íon leve penetrar na amostra antes de retroespalhar, mais perderá energia no caminho [8] [11].

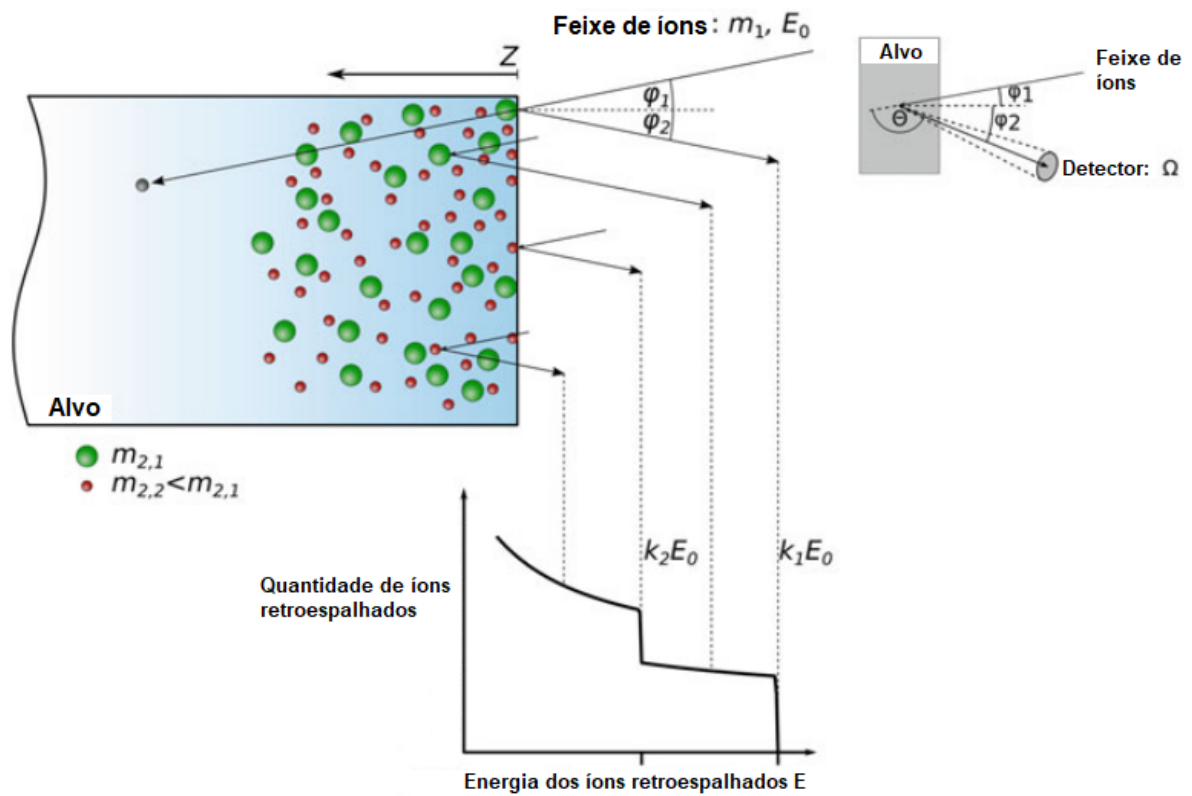


FIGURA 2.3. Esquemático da geometria no RBS e origem do espectro de um material composto por dois tipos de átomos com massas $m_{2,1}$ e $m_{2,2}$. ([8], adaptado.)

Capítulo 3

Procedimentos Experimentais

3.1 Produção das amostras

As amostras utilizadas neste trabalho foram produzidas por *Magnetron Sputtering* no Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN) do IF/UFRGS. Foram utilizados catodos de índio, gálio e antimônio para produzirem os filmes InSb, GaSb, $\text{In}_{0,5}\text{Ga}_{0,5}\text{Sb}$ e $\text{In}_{0,6}\text{Ga}_{0,4}\text{Sb}$, com espessuras entre 200nm a 400nm, todos depositados sobre substratos de Si/SiO₂. A figura 3.1 é uma imagem típica de um filme depositado sobre um *wafer*.



FIGURA 3.1. Imagem de um filme depositado sobre um *wafer* por *magnetron sputtering*.

Os *wafers* foram então clivados manualmente com uma ponta de diamante em retângulos de 0,5cm por 1,0cm de forma a obter 7 pares de amostras de cada estequiometria para serem irradiados com as diferentes correntes. As imagens da figura 3.2 são fotografias do processo de clivagem.

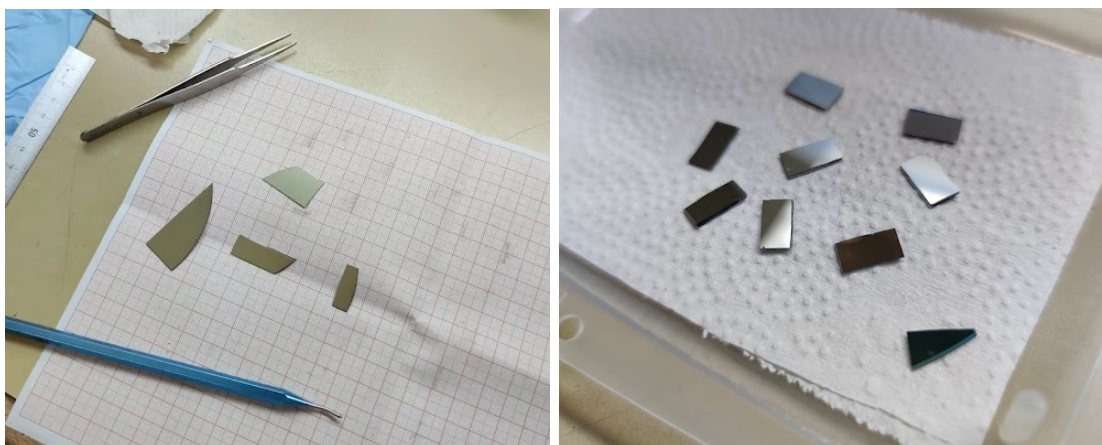


FIGURA 3.2. Fotografias do processo de clivagem das amostras.

3.2 Irradiação das amostras

Para que fossem irradiadas, as amostras foram fixadas no devido porta-amostras com fita carbono, de forma que cada conjunto tivesse 8 amostras, sendo cada par de uma estequiometria diferente.

A figura 3.3 mostra o porta-amostras com algumas das amostras dispostas em conjuntos de 8 amostras.

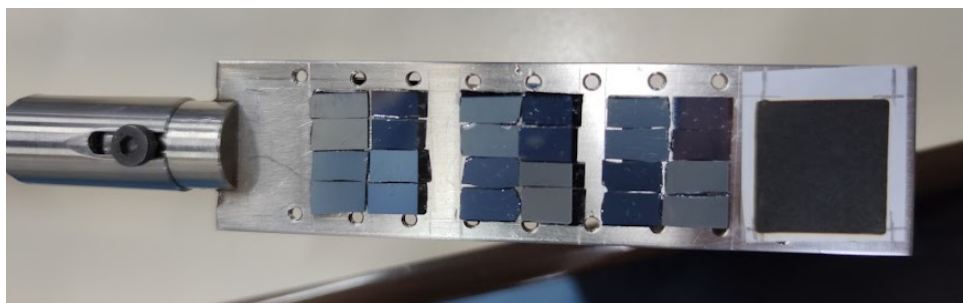


FIGURA 3.3. Fotografia de amostras posicionadas no porta-amostras em conjuntos de 8 amostras.

As amostras foram então irradiadas com um acelerador Tanderton 3MV no LII.

3.3 Análise das amostras

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica que permite diferenciar os diferentes tipos de porosidades. A figura 3.4 mostra a diferença da porosidade formada por uma reação eletroquímica daquela formada a partir da irradiação iônica [1] [2] [3].

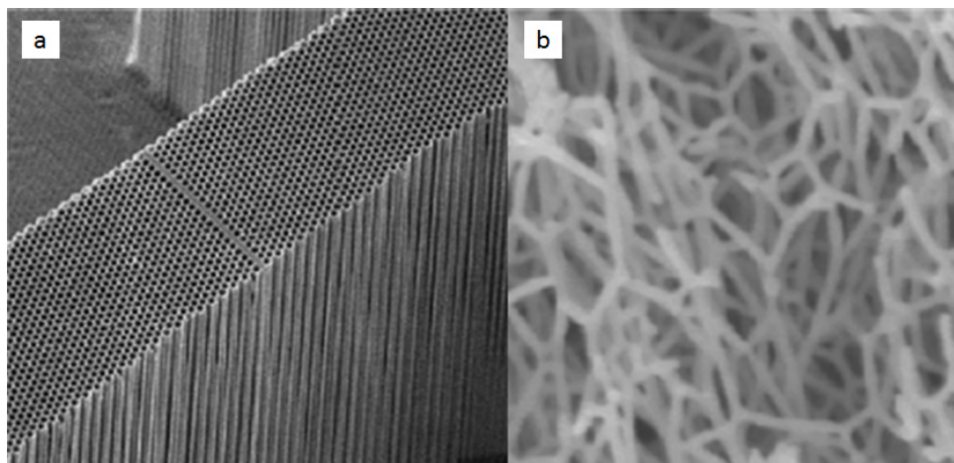


FIGURA 3.4. Imagens de microscopia eletrônica de varredura. Na esquerda, porosidade formada por reação eletroquímica. Na direita, porosidade formada por irradiação iônica. [10]

Assim como a irradiação, o *RBS* foi realizado no acelerador Tanderton 3MV do LII. Para analisar os espectros, foi utilizado o programa SIMNRA 7.03. Um dos parâmetros para fazer a simulação é a calibração de energia, que foi feita com uma amostra de ouro com as energias 1500 KeV, 1300 KeV, 1100 KeV e 900 KeV.

Capítulo 4

Resultados

4.1 Simulação no programa SIMNRA 7.03

4.1.1 Generalidades do SIMNRA 7.03

As imagens da figura 4.1 mostram como no programa SIMNRA 7.03 são digitados os valores para os parâmetros tais como: energia do íon, tipo de íon, calibração de energia por canal, número de partículas totais detectadas, quantas camadas tem o alvo, quais suas espessuras e composições, etc.

Na figura 4.2 é mostrado o espectro simulado com os parâmetros introduzidos como vemos na figura 4.1. Nota-se que os elementos de massas parecidas superpõem seus espectros. Esse típico resultado da simulação é que será comparado com os dados experimentais para obter o melhor ajuste.

4.1.2 Porosidade no SIMNRA 7.03

No programa SIMNRA 7.03, é possível simular a porosidade na amostra. Em seu manual [12], há um capítulo que explica como fazer tal simulação. Para isso, é considerada a probabilidade de colisão do íon incidente. A figura 4.3 é um esquemático do modelo de poro do programa.

Ao simular a porosidade com o programa, há dois parâmetros possíveis de serem ajustados: i) a porcentagem adimensional de porosidade da camada (F) e ii) o diâmetro

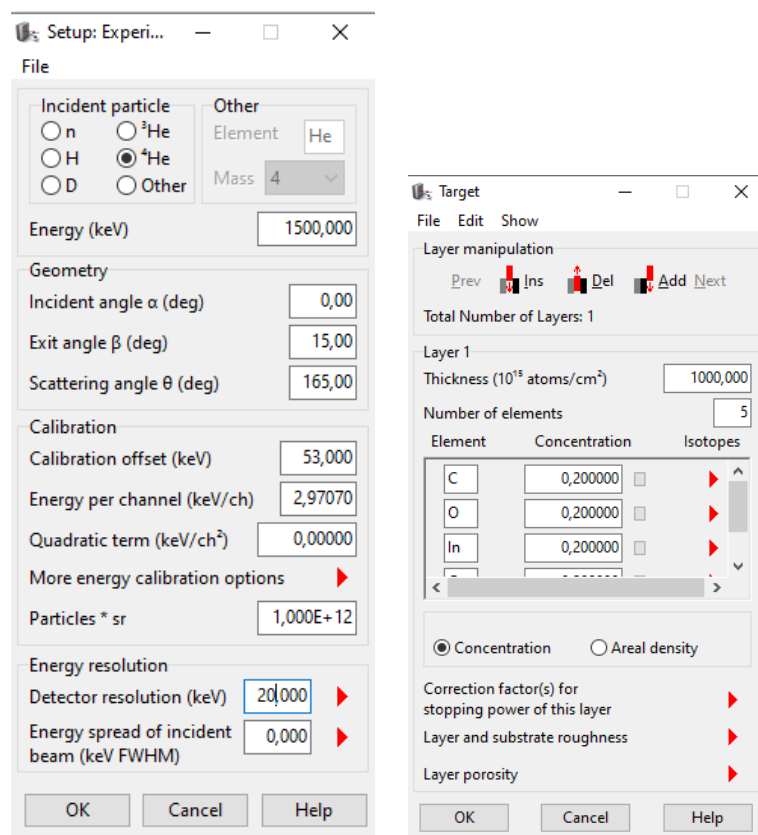


FIGURA 4.1. Principais parâmetros a serem especificados para realizar uma simulação no programa SIMNRA 7.03.

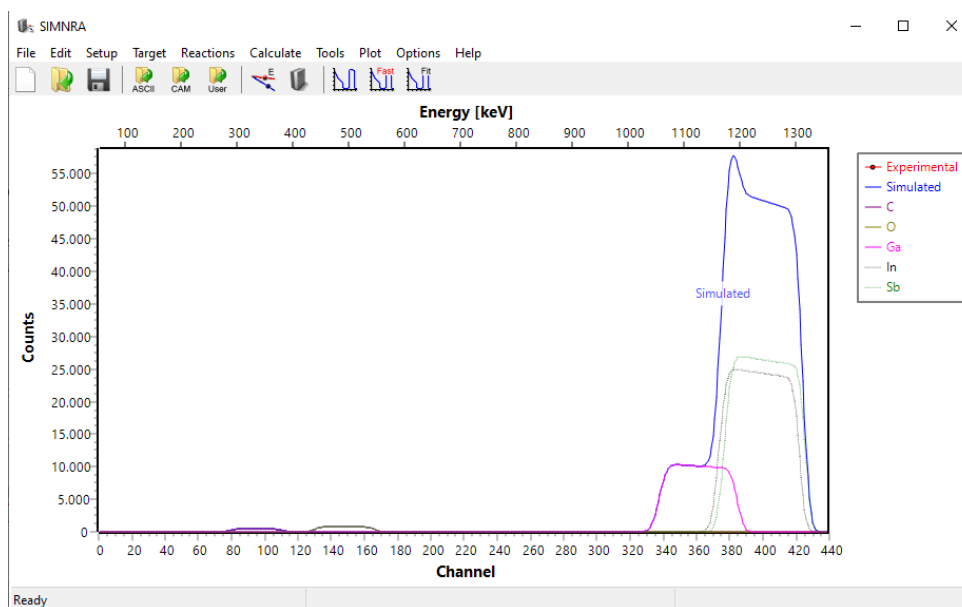


FIGURA 4.2. Tela do programa SIMNRA 7.03 ao simular um espectro com os parâmetros mostrados da figura 4.1. Nota-se a contribuição de cada elemento, destacadamente o Ga (rosa), o In (marrom) e o Sb (verde).

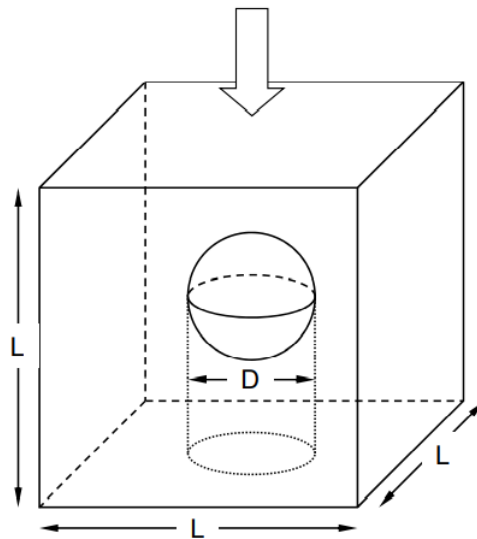


FIGURA 4.3. Esquemático do entendimento de um poro pelo programa SIMNRA 7.03. D é o diâmetro do poro, L é o comprimento da célula unitária. A direção dos íons incidentes é representada pela flecha.[12]

dos poros, medido em 10^{15} átomos/cm² (D). Na figura 4.4, mostra-se o resultado das simulações em um filme hipotético de antimônio quando variando os valores de F e D . A porosidade, nesse contexto, acaba se comportando como uma incerteza da medida da energia, visto que alarga o intervalo da mesma.

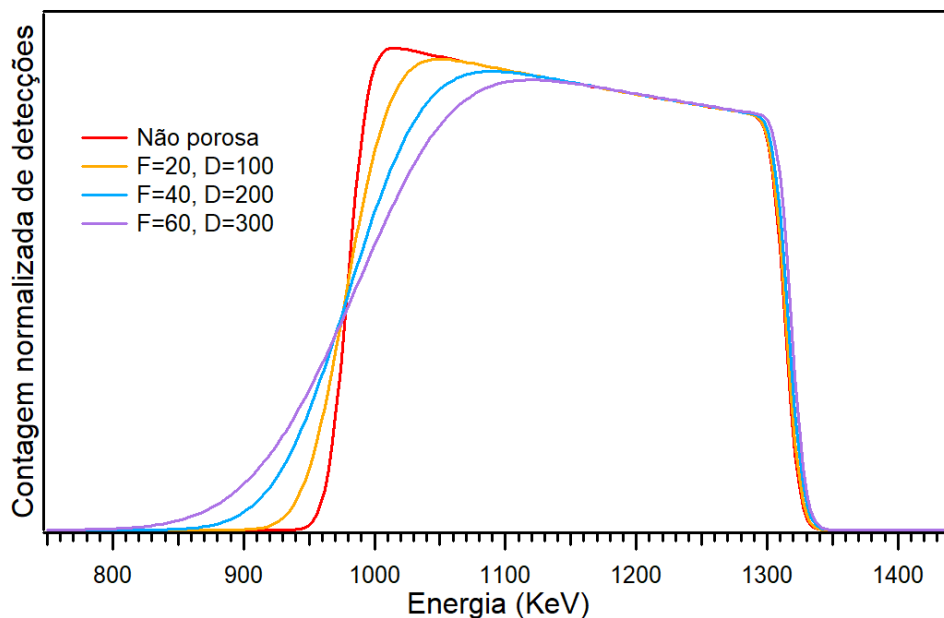


FIGURA 4.4. Demonstração do efeito visual na curva de *RBS* da adição progressiva de porosidade em uma amostra hipotética de antimônio.

Já nas figuras 4.5 e 4.6, temos as simulações de quando um dos parâmetros (F ou D) é mantido constante enquanto o outro é variado.

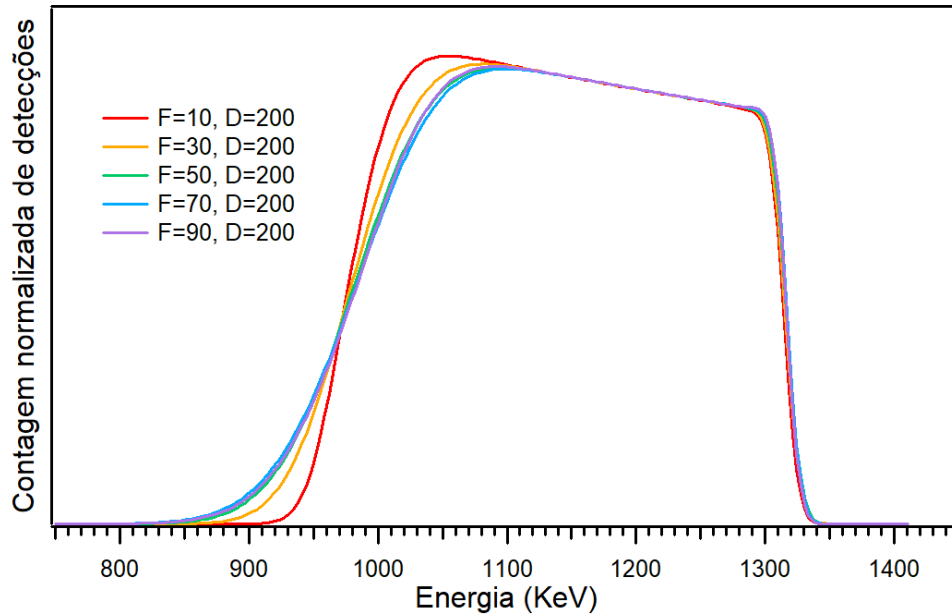


FIGURA 4.5. Influência da adição progressiva do parâmetro F na curva simulada com SIMNRA 7.03 de um filme de antimônio hipotético ao manter um D fixo.

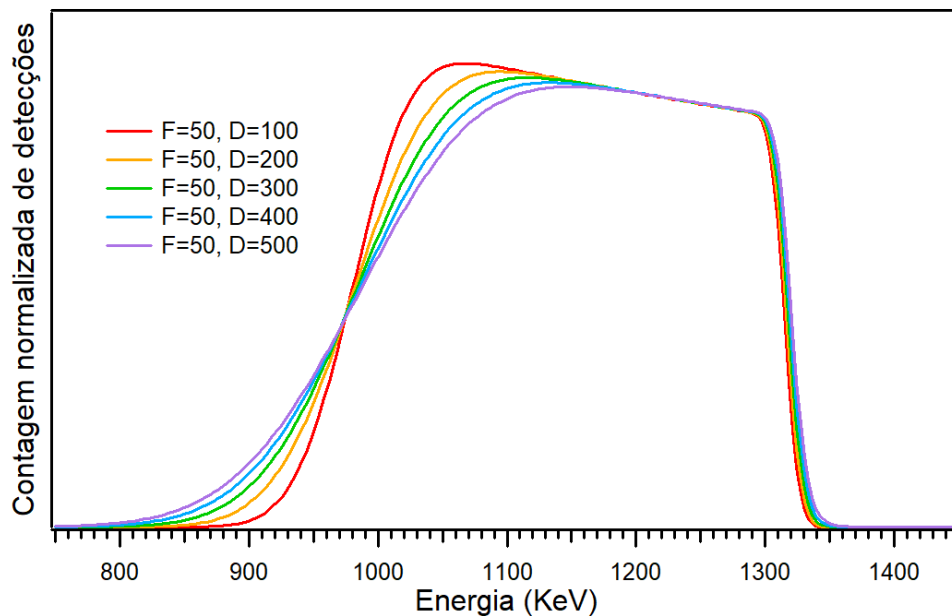


FIGURA 4.6. Influência da adição progressiva do parâmetro D na curva simulada com SIMNRA 7.03 de um filme de antimônio hipotético ao manter um F fixo.

4.2 Ajuste dos espectros *RBS*

Na tabela 4.1, temos a síntese de todas as amostras irradiadas com os respectivos parâmetros.

Íon	Energia (MeV)	Fluência (cm^{-2})	Temperatura (K)	Corrente (nA)	Amostra
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	200	InSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	200	GaSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	200	In _{0,5} Ga _{0,5} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	200	In _{0,6} Ga _{0,4} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	500	InSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	500	GaSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	500	In _{0,5} Ga _{0,5} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	500	In _{0,6} Ga _{0,4} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	1000	InSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	1000	GaSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	1000	In _{0,5} Ga _{0,5} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	1000	In _{0,6} Ga _{0,4} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	2000	InSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	2000	GaSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	2000	In _{0,5} Ga _{0,5} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	2000	In _{0,6} Ga _{0,4} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	3000	InSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	3000	GaSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	3000	In _{0,5} Ga _{0,5} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	3000	In _{0,6} Ga _{0,4} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	5000	InSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	5000	GaSb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	5000	In _{0,5} Ga _{0,5} Sb
Au ⁷⁺	8	2e ¹⁴	290	5000	In _{0,6} Ga _{0,4} Sb

TABELA 4.1. Todas as irradiações realizadas neste trabalho.

Nas figuras 4.7, 4.8, 4.9 e 4.10, temos os espectros para as amostras de InSb, GaSb, In_{0,5}Ga_{0,5}Sb e In_{0,6}Ga_{0,4}Sb com os diferentes valores de correntes.

É importante notar a variação da inclinação das curvas em função da corrente de irradiação. Como descrito anteriormente, o grau de inclinação indica a existência de maior ou menor porosidade.

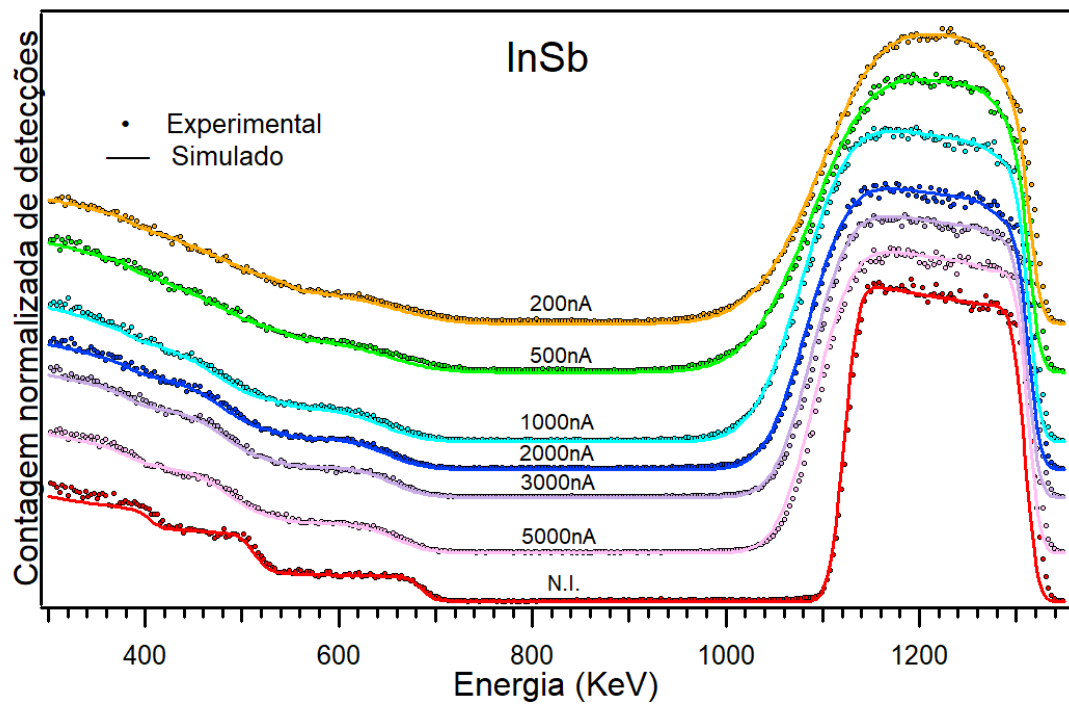


FIGURA 4.7. Dados experimentais de *RBS* das amostras de InSb e as respectivas curvas simuladas com o programa SIMNRA 7.03.

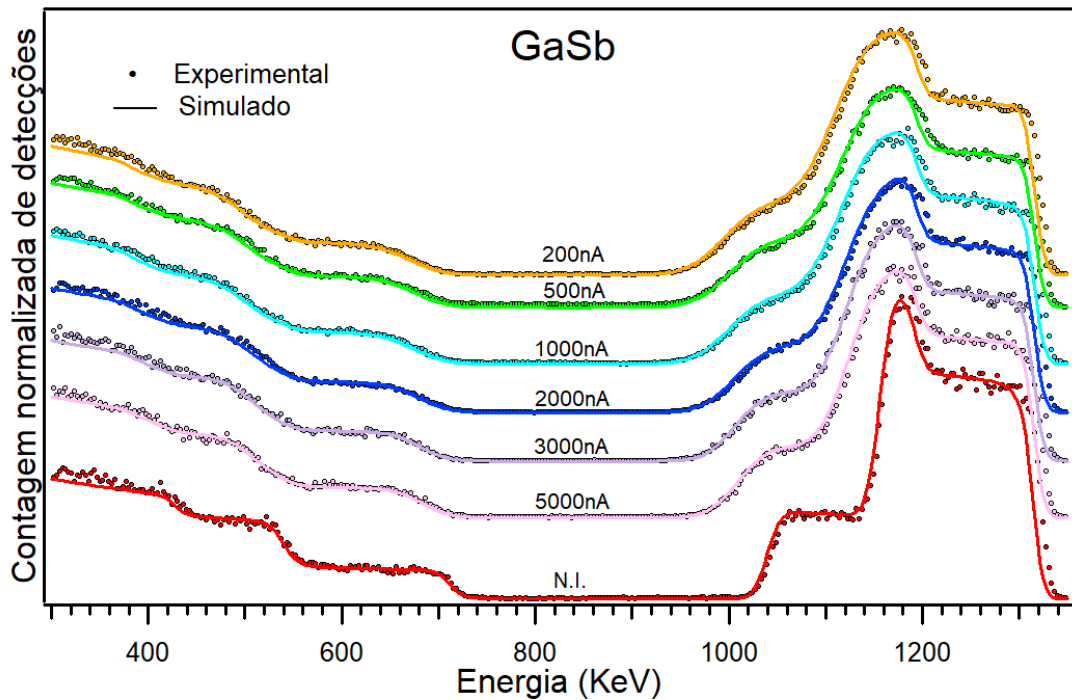


FIGURA 4.8. Dados experimentais de *RBS* das amostras de GaSb e as respectivas curvas simuladas com o programa SIMNRA 7.03.

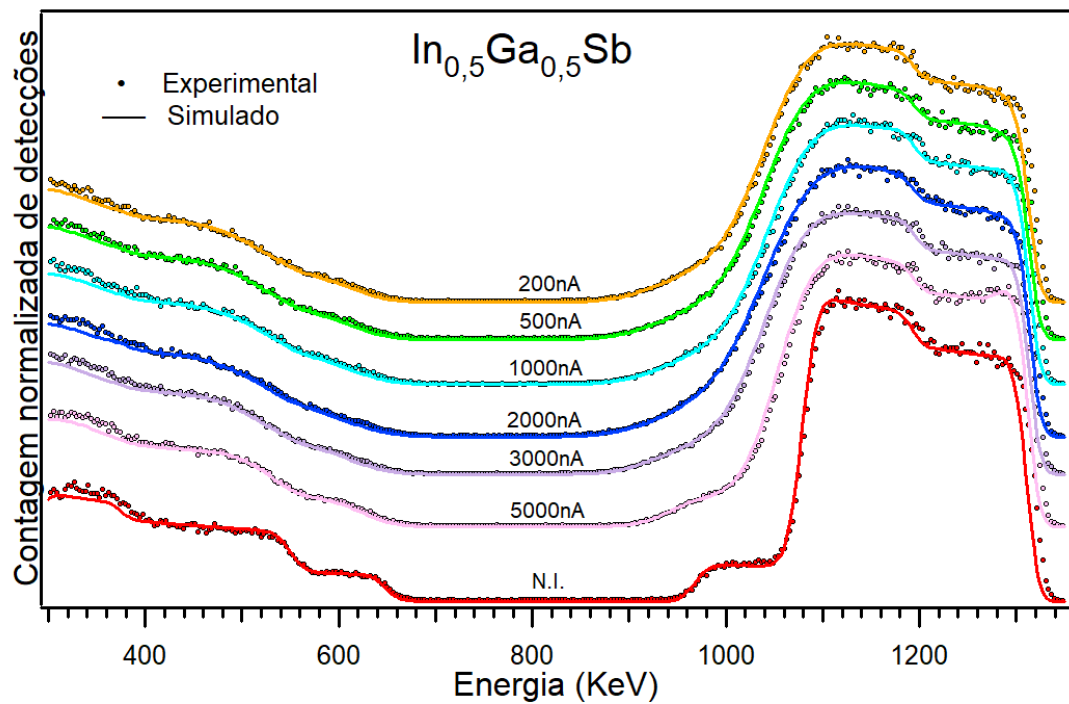


FIGURA 4.9. Dados experimentais de *RBS* das amostras de $\text{In}_{0,5}\text{Ga}_{0,5}\text{Sb}$ e as respectivas curvas simuladas com o programa SIMNRA 7.03.

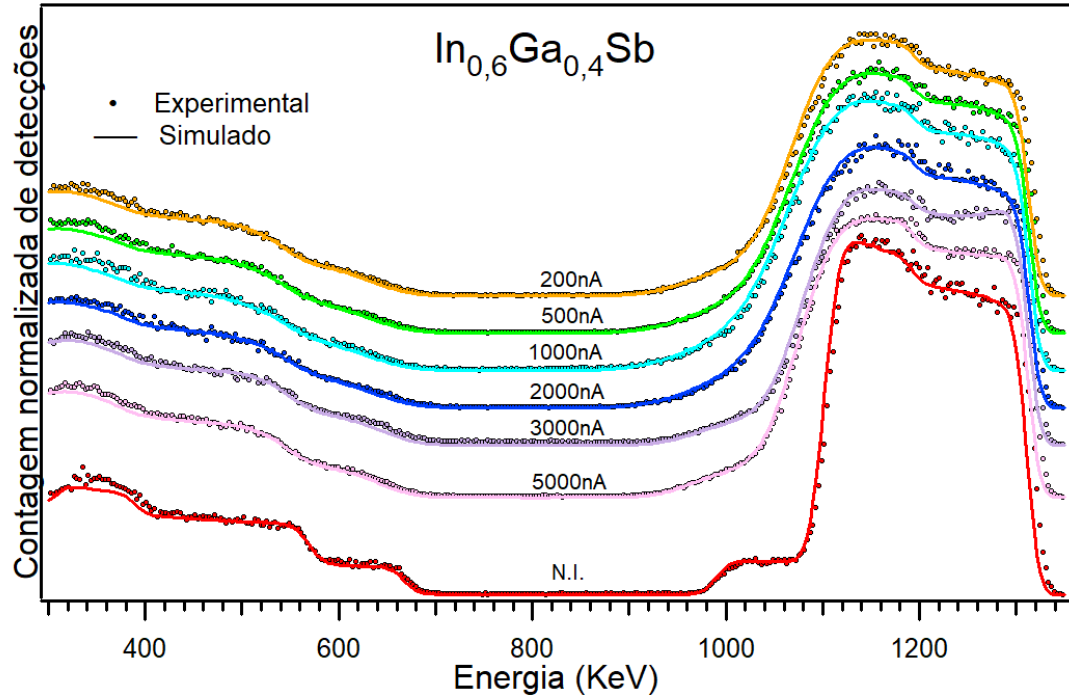


FIGURA 4.10. Dados experimentais de *RBS* das amostras de $\text{In}_{0,6}\text{Ga}_{0,4}\text{Sb}$ e as respectivas curvas simuladas com o programa SIMNRA 7.03.

A tabela 4.2 apresenta os valores adotados para simular os ajustes que são apresentados nas figuras 4.7, 4.8, 4.9 e 4.10. Na tabela, por praticidade, foram omitidas as especificações das camadas de silício e óxido de silício, que são comuns a todas as amostras. A divisão em duas camadas é uma aproximação usada para separar uma composição mais superficial da composição mais interna.

InSb	L1	L2	C1	C2	O1	O2	In1	In2	Ga1	Ga2	Sb1	Sb2	F1	F2	D1	D2
N.I.	180	825	0,20	0,12	0,00	0,08	0,40	0,40	—	—	0,40	0,40	—	—	—	—
200nA	300	1290	0,35	0,25	0,35	0,25	0,15	0,25	—	—	0,15	0,25	60	60	500	500
500nA	250	1430	0,45	0,28	0,25	0,25	0,15	0,235	—	—	0,15	0,235	60	60	450	450
1000nA	200	1450	0,32	0,26	0,25	0,25	0,18	0,245	—	—	0,25	0,245	50	50	280	280
2000nA	200	1450	0,40	0,24	0,20	0,30	0,15	0,23	—	—	0,25	0,23	40	40	250	250
3000nA	200	1380	0,37	0,27	0,18	0,25	0,20	0,24	—	—	0,25	0,24	40	40	200	200
5000nA	200	1200	0,20	0,17	0,20	0,25	0,25	0,29	—	—	0,35	0,29	40	40	180	180
GaSb	L1	L2	C1	C2	O1	O2	In1	In2	Ga1	Ga2	Sb1	Sb2	F1	F2	D1	D2
N.I.	150	760	0,10	0,00	0,10	0,085	—	—	0,40	0,455	0,40	0,46	—	—	—	—
200nA	200	1370	0,26	0,24	0,22	0,23	—	—	0,26	0,27	0,26	0,26	50	50	200	200
500nA	200	1395	0,29	0,26	0,245	0,26	—	—	0,24	0,25	0,225	0,23	50	50	200	200
1000nA	200	1390	0,28	0,33	0,24	0,18	—	—	0,25	0,25	0,23	0,24	50	50	200	200
2000nA	200	1300	0,26	0,30	0,19	0,19	—	—	0,29	0,255	0,26	0,255	40	40	200	200
3000nA	200	1240	0,25	0,22	0,18	0,23	—	—	0,30	0,28	0,27	0,27	40	40	150	150
5000nA	200	1160	0,22	0,21	0,18	0,19	—	—	0,30	0,30	0,30	0,30	40	40	150	150
In_{0,5}Ga_{0,5}Sb	L1	L2	C1	C2	O1	O2	In1	In2	Ga1	Ga2	Sb1	Sb2	F1	F2	D1	D2
N.I.	180	1160	0,09	0,00	0,13	0,22	0,20	0,20	0,20	0,20	0,38	0,38	—	—	—	—
200nA	180	1810	0,36	0,26	0,20	0,22	0,11	0,13	0,11	0,13	0,22	0,26	60	60	200	200
500nA	180	1810	0,36	0,26	0,20	0,22	0,11	0,1325	0,11	0,1325	0,22	0,255	60	60	200	200
1000nA	180	1730	0,24	0,22	0,22	0,24	0,14	0,135	0,14	0,135	0,26	0,27	60	60	200	200
2000nA	180	1740	0,50	0,22	0,04	0,22	0,10	0,14	0,10	0,14	0,26	0,28	60	60	250	250
3000nA	180	1742	0,23	0,24	0,21	0,22	0,14	0,135	0,14	0,135	0,28	0,27	50	50	200	200
5000nA	180	1500	0,19	0,16	0,13	0,22	0,15	0,15	0,15	0,15	0,38	0,32	40	40	150	150
In_{0,6}Ga_{0,4}Sb	L1	L2	C1	C2	O1	O2	In1	In2	Ga1	Ga2	Sb1	Sb2	F1	F2	D1	D2
N.I.	200	840	0,03	0,00	0,07	0,00	0,25	0,27	0,17	0,21	0,48	0,52	—	—	—	—
200nA	300	1395	0,26	0,20	0,22	0,24	0,15	0,17	0,11	0,12	0,26	0,27	50	50	200	200
500nA	300	1385	0,28	0,19	0,22	0,23	0,15	0,15	0,10	0,13	0,25	0,30	50	50	250	250
1000nA	300	1400	0,27	0,23	0,22	0,17	0,16	0,16	0,10	0,14	0,25	0,30	50	50	250	250
2000nA	300	1380	0,29	0,25	0,22	0,17	0,14	0,16	0,10	0,14	0,25	0,28	60	60	250	250
3000nA	300	1300	0,24	0,26	0,19	0,19	0,18	0,16	0,09	0,11	0,30	0,28	40	40	200	200
5000nA	200	1330	0,21	0,22	0,15	0,15	0,19	0,18	0,13	0,13	0,32	0,32	40	40	160	160

TABELA 4.2. Parâmetros utilizados nas simulações das curvas das figuras 4.7, 4.8, 4.9 e 4.10 na seção *Target* do SIMNRA 7.03. L é a espessura (em 10^{15} átomos/cm²), C, O, In, Ga e Sb são as concentrações dos elementos (fração adimensional do todo), F é a fração de porosidade (porcentagem adimensional) e D é o diâmetro dos poros (em 10^{15} átomos/cm²). Os índices 1 e 2 se referem à camada superficial e à mais interna logo depois dela, respectivamente.

4.3 Parâmetro de porosidade P

Como programa de simulação, o SIMNRA 7.03 comporta como entrada qualquer valor para um dado parâmetro. No entanto, é necessário conhecer o valor plausível para uma dada amostra. Como pode ser visto nas figuras 4.5 e 4.6, é possível obter-se curvas muito semelhantes para diferentes pares de valores F e D , mas que são fisicamente improváveis. Assim, é necessário utilizar resultados de trabalhos anteriores para ter-se um bom ajuste.

Por exemplo, é improvável fisicamente que, após a irradiação, uma amostra torne-se 10% porosa e que os poucos poros formados sejam gigantes, da mesma forma que é improvável que uma amostra fique 90% porosa com poros muito minúsculos.

Deste modo, definimos um parâmetro P :

$$P = F \cdot D$$

Apesar de, em um primeiro momento, parecer que se está perdendo informação ao trabalhar com este parâmetro P , essa é uma boa forma de trabalhar com a incerteza tanto do programa, quanto da técnica. Ou seja, o novo parâmetro P é uma ótima forma de expressar mais qualitativamente a formação de porosidade.

As tabelas 4.3 e 4.4 mostram os valores dos parâmetros F e D escolhidos nos ajustes das curvas de cada amostra irradiada e os respectivos P .

Amostra	InSb						GaSb					
Corrente	200	500	1000	2000	3000	5000	200	500	1000	2000	3000	5000
F	60	60	50	40	40	40	50	50	50	40	40	40
D	500	450	280	250	200	180	200	200	200	200	150	150
P	300	270	140	100	80	72	100	100	100	80	60	60

TABELA 4.3. Parâmetros Porcentagem de Poros F (em %), Diâmetro dos Poros D (em 10^{15} átomos/cm²) e P (em 10^{15} átomos/cm²) em função da corrente de irradiação (em nA) para as amostras de InSb e GaSb.

Amostra	In _{0,5} Ga _{0,5} Sb						In _{0,6} Ga _{0,4} Sb					
	200	500	1000	2000	3000	5000	200	500	1000	2000	3000	5000
<i>F</i>	60	60	60	60	50	40	50	50	50	60	40	40
<i>D</i>	200	200	200	250	200	150	200	250	250	250	200	160
<i>P</i>	120	120	120	150	100	60	100	125	125	150	80	64

TABELA 4.4. Parâmetros Porcentagem de Poros *F* (em %), Diâmetro dos Poros *D* (em 10¹⁵ átomos/cm²) e *P* (em 10¹⁵ átomos/cm²) em função da corrente de irradiação (em nA) para as amostras de In_{0,5}Ga_{0,5}Sb e In_{0,6}Ga_{0,4}Sb.

É importante ressaltar que, para todas as correntes utilizadas, ocorreu a formação de porosidade. Na figura 4.11, o gráfico mostra o comportamento do parâmetro *P* em função da corrente de irradiação.

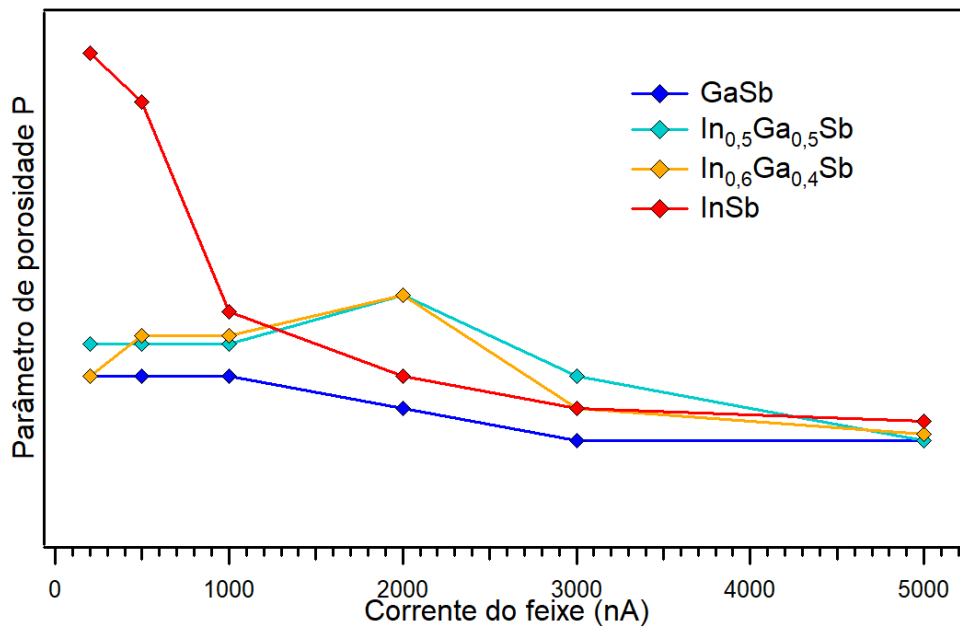


FIGURA 4.11. Gráfico do parâmetro de porosidade *P* em função da corrente de irradiação.

Desta figura, tem-se os seguintes resultados. As amostras ternárias apresentam um pequeno aumento entre correntes de 1000nA e 2000nA e, a partir desse valor até 5000nA, um decréscimo. Isso mostra que, se o objetivo é obter a maior formação de poros, a corrente deve ser da ordem de 2000nA. Já a amostra binária InSb mostra que o aumento da corrente só diminui a porosidade. Para a amostra binária GaSb a diminuição porosidade só ocorre no intervalo de corrente entre 1000nA e 3000nA.

Capítulo 5

Conclusões e Perspectivas

5.1 Conclusão

Como dito no capítulo 1, a teoria mais aceita sobre a formação de poros é a de que o íon, ao atravessar a amostra, gera uma região quente ao seu redor, resultando em uma reorganização local com surgimento de bolhas. Após repetidas incidências, as bolhas se unem e formam poros. Os resultados desse trabalho podem, portanto, contribuir para eventuais avanços na formulação de modelos para o fenômeno da porosidade em famílias de semicondutores III-V.

Esses mesmos resultados, considerando que tais compostos têm mostrado muita potencialidade enquanto sensores de gás também podem contribuir para encontrar os parâmetros que otimizam esta funcionalidade de detecção.

Além disso, este procedimento experimental de formação de porosidade por irradiação iônica em filmes antimonetos mostrou-se bastante reprodutível, permitindo afirmar, portanto, que esta técnica mantém enorme perspectiva de trazer novos resultados em pouco tempo.

Apesar de termos estabelecido uma relação linear entre os parâmetros (F) e (D), o que introduz uma incerteza adicional, os resultados mostram que os valores para que uma corrente produza uma bem definida quantidade de poros têm bastante precisão.

No intervalo entre 200nA e 1000nA, a amostra de InSb apresentou grande decréscimo na porosidade, enquanto todas as outras tiveram um valor constante. No intervalo

entre 1000nA e 2000nA, as duas amostras binárias tiveram decréscimo ao passo que as amostras ternárias tiveram um aumento. A partir de então, todas as amostras tiveram decréscimo e estabilidade até a máxima corrente de 5000nA.

As amostras ternárias apresentaram um pequeno aumento entre correntes de 1000nA e 2000nA e, a partir desse valor até 5000nA, um decréscimo. Isso mostra que, se o objetivo é obter a maior formação de poros, a corrente deve ser da ordem de 2000nA. Já a amostra binária InSb mostra que o aumento da corrente só diminui a porosidade. Para a amostra binária GaSb, a diminuição porosidade só ocorre no intervalo de corrente entre 1000nA e 3000nA.

5.2 Perspectivas

Como mencionado, vários são os estudos sobre a dependência da temperatura de irradiação na formação de poros [13]. Já a dependência do parâmetro corrente, que também altera a corrente da amostra, é menos estudada.

Apesar de que no nosso intervalo de valores ter havido diferentes comportamentos para porosidade, não existem evidências para se afirmar o que possa ocorrer em outros intervalos de corrente.

Então, como perspectivas desta linha de pesquisa, pode-se sinalizar que é necessário estudar muito mais amostras com menores diferenças nas composições relativas de gálio e índio e na extensão do intervalo de correntes e simultaneamente ter-se medições com técnicas de microscopia eletrônica de varredura.

Para explorar o uso destes antimonetos porosos através da modificação de grandezas físicas - quando em ambientes de diferentes gases - deve-se realizar medidas de resistividade que já são disponíveis no LII.

Referências Bibliográficas

- [1] R. Giulian, C. A. Bolzan, L. T. Rossetto, A. M. H. de Andrade, and J. F. Dias, “In_{1-x}Ga_xSb nanofoams made by ion irradiation of sputtered films: Atomic composition and structure,” *Thin Solid Films*, vol. 753, no. 139263, 2022.
- [2] R. Giulian *et al.*, “Ion irradiation-induced polycrystalline InSb foam,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 50, no. 485104, 2017.
- [3] R. Giulian, D. J. Manzo, C. A. Bolzan, F. Bernardi, A. M. H. de Andrade, J. R. Schoffen, and D. L. Baptista, “Ion irradiation effects on Sb-rich GaSb films,” *Materials Research Express*, vol. 6, no. 026425, 2019.
- [4] G. Schiwietz, K. Czerski, M. Roth, F. Staufienbiel, and P. L. Grande, “Femtosecond dynamics - snapshots of the early ion-track evolution,” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 226, pp. 683–704, 2004.
- [5] S. Swann, “Magnetron Sputtering,” *Physics in Technology*, vol. 19, pp. 67–75, 1988.
- [6] C. A. Bolzan, *Estudo das Propriedades Eletrônicas e Estruturais de Filmes de In_{0,5-x}Al_xSb_{0,5} Depositados por Magnetron Sputtering e Irradiados por Feixes de Íons*. Tese de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2018.
- [7] P. J. Kelly and R. D. Arnell, “Magnetron Sputtering: a review of recent developments and applications,” *Vacuum*, vol. 56, pp. 159–172, 2000.
- [8] W. Wesch and E. Wendler, *Ion Beam Modification of Solids*. Friedrich-Schiller-University Jena: Springer, 2016.
- [9] F. Chen, H. Amekura, and Y. Jia, *Ion Irradiation of Dielectrics for Photonic Applications*. School of Physics, State Key, Jinan, Shandong, China: Springer, 2020.
- [10] J. B. Salazar, *Efeitos da irradiação iônica em filmes de InSb*. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2017.
- [11] W. K. Chu, J. W. Mayer, and M. A. Nicolet, *Backscattering Spectrometry*. San Diego, California, EUA: Academic Press, 1978.
- [12] M. Mayer, *SIMNRA User’s Guide for version 7.03*. Garching, Germany: Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, 2020.
- [13] S. Kluth, D. Llewellyn, and M. Ridgway, “Irradiation fluence dependent microstructural evolution of porous InSb,” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 242, no. 1, pp. 640–642, 2006. Ion Beam Modification of Materials.