



Kierownik: doc. dr hab. inż. Andrzej CZERWIŃSKI
e-mail: aczerwin@ite.waw.pl, tel. (0-prefiks-22) 548 77 64

Zespół: prof. dr hab. Janina Marciak-Kozłowska
dr inż. Jacek Ratajczak, e-mail: rataj@ite.waw.pl
mgr inż. Adam Łaszcz, e-mail: laszcz@ite.waw.pl
mgr inż. Mariusz Płuska, e-mail: mpluska@ite.waw.pl
mgr inż. Marek Wzorek, e-mail: mwzorek@ite.waw.pl

1. Wstęp

W 2006 r. w Zakładzie Badań Materiałów i Struktur Półprzewodnikowych realizowano następujące projekty naukowe:

- „Badania zmian strukturalnych w materiałach i strukturach półprzewodnikowych dla nanotechnologii elektronicznych”. Etap II (projekt statutowy nr 1.08.046);
- Centrum Doskonałości „Physics and Technology of Photonic Nanostructures CEPHONA (”Fizyka i technologia nanostruktur fotonicznych”) – projekt realizowany razem z trzema innymi zakładami ITE w ramach 5. Programu Ramowego Unii Europejskiej, G5MA-CT-2002-04061;
- „Metallic Source/Drain for Advanced MOS Technology” METAMOS (”Metaliczne źródło/dren dla zaawansowanej technologii MOS”) – projekt realizowany w ramach 6. Programu Ramowego Unii Europejskiej, IST-CT-2005-016677.

Ważnym osiągnięciem Zakładu w 2006 r. było doprowadzenie do wydania specjalnych numerów *Journal of Microscopy* (Blackwell, Oxford, impact factor 2,1), vol. 223 nr 3 i vol. 224 nr 1, w których opublikowano 68 artykułów z XII International Conference on Electron Microscopy of Solids (EM’2005) w Kazimierzu Dolnym. Redaktorami odpowiedzialnymi (Guest Editors) za te numery byli prof. Jerzy Kątecki, który był też przewodniczącym komitetu organizacyjnego konferencji, oraz doc. Andrzej Czerwiński.

2. Metoda wyznaczania indukcji pola magnetycznego obecnego w komorze skaningowego mikroskopu elektronowego oraz separacji miejsc zakłóceń

Najczęstszą przyczyną deformacji obrazów w skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM) są zakłócenia elektromagnetyczne. Dostępne systemy

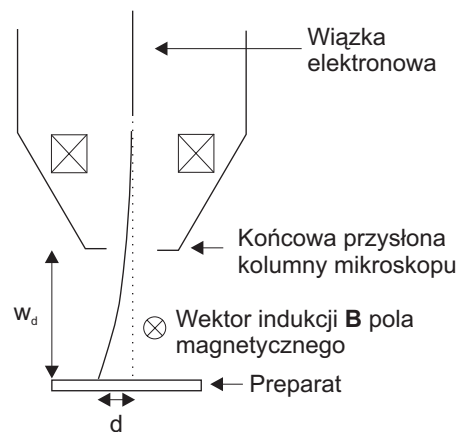
sprzętowej eliminacji zakłóceń są skomplikowane i kosztowne. Izolacja i eliminacja zakłóceń dla elementów zestawu mikroskopowego najbardziej podatnych na zakłócenia byłaby prostsza i tańsza.

Opracowano metodę pomiaru indukcji pola magnetycznego wewnątrz komory SEM, zakłócającego tam bieg wiązki elektronowej, dzięki odseparowaniu wpływu pola magnetycznego na obwody elektryczne systemu oraz na kolumnę działa elektronowego.

Typowe metody pomiaru pola magnetycznego stałego i zmiennego poprzez detektory hallotronowe, transduktorowe, AMR (*Anisotropic Magnetoresistance* – anizotropowy magnetoopór) i inne są trudne do zastosowania w mikroskopii elektronowej ze względu na konieczność umieszczenia dodatkowego detektora wewnątrz komory mikroskopu. Natomiast cewki jako detektory nie umożliwiają pomiaru pola stałego i mają duże rozmiary w przypadku pomiaru małych pól. Pomiar pola wewnątrz komory mikroskopu z wykorzystaniem zmian astygmatycznych wiązki elektronowej jest bardzo trudny i nie pozwala na pomiar pola zmiennego.

Nowa metoda umożliwia wyznaczenie wzajemnie prostopadłych składowych indukcji pola w jego komorze, co określa zarówno wartość, jak i wektor (kierunek działania) wypadkowego pola zakłócającego, ułatwiając skuteczną kompensację zakłóceń.

Ustalono, że na odcinku między cewkami skanującymi a ogniskiem, w którym skupiona jest wiązka, jej odchylenie powoduje przesunięcie punktu ogniska w płaszczyźnie prostopadłej do osi działa elektronowego, mierzalnego na obrazach mikroskopowych w postaci przemieszczeń obserwowanych obiektów lub deformacji ich kształtów. Wielkość przesunięcia zależy od indukcji pola magnetycznego \mathbf{B} , odległości, jaką przebywają elektrony w tym polu, oraz energii E elektronów. Kierunek przesunięcia jest zgodny z kierunkiem działania siły Lorentza, czyli prostopadły do kierunku wektora indukcji \mathbf{B} (rys. 1). Im niższa jest energia elektronów, tym dłuższy



Rys. 1. Schematyczny bieg wiązki elektronowej odchylanej przez pole magnetyczne \mathbf{B} na odcinku dystansu roboczego w_d .

jest czas ich przebywania w polu magnetycznym. Stosowanie niskich energii elektronów wiązki, do czego zmierzają obecnie konstruktorzy SEM, zwiększa zatem wpływ pola magnetycznego na deformacje obrazów.

W metodzie tej dla wybranej stałej energii elektronów E oraz co najmniej trzech różnych wartości dystansu roboczego w_d między końcową przysłoną działa elektronowego a ogniskiem wiązki, w którym znajduje się preparat, dokonuje się pomiaru odchyień d wiązki elektronowej, powstałych w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach x oraz y . Następnie z zależności $d_x = a_x w_d^2 + b_x w_d + c_x$ oraz $d_y = a_y w_d^2 + b_y w_d + c_y$ wyznacza się współczynniki a , b , c . Parametry a , b i c mają bezpośrednie znaczenie fizyczne: b określa początkową prędkość w kierunku prostopadłym do kierunku osi działa elektronowego dla elektronu wpadającego do komory mikroskopu, natomiast c określa przesunięcie wiązki elektronowej w tym punkcie. Wartości tych parametrów są efektem odchylenia wiązki przez pole powyżej punktu końcowej przysłony. Parametr a reprezentuje bezpośredni wpływ pola magnetycznego w komorze mikroskopu na bieg elektronów pod wpływem siły Lorentza. Prędkość elektronów wiązki $v = \sqrt{2E / m_e}$, a czas przelotu elektronów na odcinku dystansu roboczego $t = w_d/v$, gdzie v jest prędkością elektronów w kierunku osi działa elektronowego. Stąd dwie prostopadłe składowe B_x i B_y indukcji magnetycznej \mathbf{B} oddziałującej na wiązkę elektronową $B_y = a_x \sqrt{8Em_e} / e$ oraz $B_x = a_y \sqrt{8Em_e} / e$, gdzie m_e jest relatywistyczną masą pojedynczego elektronu, e jest ładunkiem elektronu. Prędkość elektronów wiązki jest porównywalna z prędkością światła i należy uwzględnić efekt relatywistycznego zwiększenia masy elektronów. Po wyznaczeniu składowych B_x i B_y indukcji magnetycznej, ostatecznie z zależności $B = \sqrt{B_x^2 + B_y^2}$ określa się wielkość indukcji magnetycznej.

Opracowana metoda pozwala na wyznaczenie wartości indukcji \mathbf{B} pola magnetycznego dla typowych przypadków pól obecnych w komorze skaningowego mikroskopu elektronowego – stałego pola magnetycznego, które można włączyć i wyłączyć, albo pola magnetycznego periodycznie zmiennego.

Dzięki separacji współczynników a , b i c metoda pozwala na oddzielenie bezpośredniego wpływu pola magnetycznego na bieg wiązki elektronowej w komorze mikroskopu od wpływu pola magnetycznego na bieg wiązki w innych elementach mikroskopu, jak również od wpływu innych zakłóceń obrazu, jak np. zakłócenia elektromagnetyczne przenikające do obwodów mikroskopu i zakłócenia mechaniczne.

Przeprowadzono pomiary dla trzech energii w celu sprawdzenia poprawności metody poprzez porównanie zgodności wyników. Jako źródło pola magnetycznego wykorzystano cewkę indukcyjną umieszczoną w odległości 23,5 cm od osi wiązki elektronowej, wytwarzającą jednorodne pole magnetyczne na odcinku długości 80 mm, prostopadłym do kierunku pola. Jako preparat testowy użyto struktury krzemowej zawierającej wytrawione prostopadłe linie. Wyliczony moduł wektora indukcji \mathbf{B} dla pomiarów przy energii $E = 2$ keV, 5 keV oraz 10 keV wynosił odpo-

wiednio 219,89 nT, 220,01 nT i 220,95 nT, podczas gdy dla różnych energii wiązki otrzymano zdecydowanie różne parametry b i c . Zgodność wyliczonych wartości indukcji z taką dokładnością (0,5 %) potwierdza prawidłowość metody.

Można w ten sposób wyznaczyć odporność obudowy mikroskopu na zakłócenia. Cewka wzorcowa w odległości osi wiązki elektronowej wytwarzała w powietrzu pole magnetyczne 4,9 mT, natomiast wartość indukcji zmierzonej opisaną metodą w komorze mikroskopu wynosiła około 220 nT, czyli obudowa mikroskopu w badanym kierunku tłumi zewnętrzne pole magnetyczne ok. 22-krotnie.

3. Metoda pomiaru rezystancji warstw półprzewodnikowych przy użyciu techniki prądu indukowanego wiązką elektronową w skaningowym mikroskopie elektronowym

Pary elektron-dziura (e-h) generowane przez wiązkę elektronową w próbce badanej przy użyciu SEM, które nie zrekombinują przed dotarciem do obszaru silnego pola elektrycznego, np. obszaru złącza p-n, tworzą prąd indukowany wiązką elektronową (I_{EBIC}). Wykorzystanie możliwości tej techniki silnie wzrasta, gdy analiza danych EBIC wraz z odpowiadającymi im położeniami wiązki elektronowej na próbce prowadzi do ilościowej metrologii opartej na EBIC (m. in. pomiary czasu życia nośników, długości drogi dyfuzji, grubości warstw materiałów).

Pomimo ogólnego związku techniki EBIC z przewodnością elektryczną badanego materiału nigdy nie używano jej do pomiaru rezystancji warstw lub ich fragmentów w postaci wąskich pasków (rezystorów).

W Zakładzie stworzono metodę, która z wysoką rozdzielczością przestrzenną umożliwia pomiar rezystancji lub rezystancji powierzchniowej, przestrzennie jednorodnej lub niejednorodnej, warstw półprzewodnikowych lub ich fragmentów, które mogą być zagrzebane pod innymi warstwami.

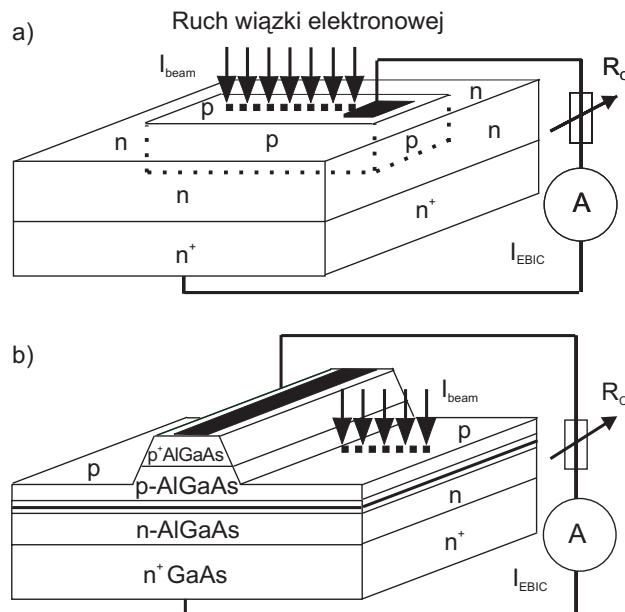
Dotychczas znane metody pomiaru rezystancji i rezystancji powierzchniowej półprzewodników można podzielić na metody stykowe, w których są stosowane różnego rodzaju sondy – ostrza (metoda czteropunktowa i metoda Van der Pauwa), oraz metody bezstykowe, wykorzystujące prądy wielkiej częstotliwości. Rozdzielczość przestrzenna dotychczas stosowanych metod w ich podstawowych wariantach jest stosunkowo niska. Metody stykowe są w większości przypadków niszczące. Metody bezstykowe, wykorzystujące pomiar parametrów obwodu indukcyjnego lub pojemnościowego, utworzonego z mierzoną próbką, są mało dokładne dla próbek półprzewodników wysokorezystywnych.

W nowej metodzie wykorzystuje się zakres dostatecznie dużych prądów (I_{beam}) wiązki elektronowej, takich że wielkość powstającego w materiale prądu I_{EBIC} zależy od całkowitej rezystancji R_{EBIC} obwodu EBIC. W tym zakresie prądu I_{beam} oraz rezystancji R_{EBIC} stosunek I_{EBIC}/I_{beam} maleje, gdy R_{EBIC} wzrasta. Zakres ten jest inny

niż mały prąd I_{beam} oraz stały stosunek I_{EBIC}/I_{beam} występujące w typowych ilościowych zastosowaniach EBIC. Ogólnie, gdy prąd I_{beam} wzrasta dla stałej energii wiązki E_{beam} i stałej rezystancji R_{EBIC} , wtedy prąd I_{EBIC} wzrasta proporcjonalnie (ze stałym stosunkiem I_{EBIC}/I_{beam}) do pewnej wartości I_{beam} . Dla wyższych I_{beam} stosunek I_{EBIC}/I_{beam} maleje, początkowo powoli, a następnie szybciej, gdyż dla dużych prądów I_{beam} prąd I_{EBIC} osiąga wartość prawie stałą. Nadmiarowe pary e-h anihilują wskutek wzmożonej rekombinacji

Podczas pomiaru rezystancji przy użyciu opisywanej metody prąd I_{EBIC} generowany wewnątrz lub w pobliżu badanej warstwy półprzewodnikowej płynie poprzez badaną warstwę do kontaktu omowego. Położenie wiązki elektronowej na badanej warstwie lub jej elemencie jest zmieniane względem kontaktu omowego i zmienia się odległość punktu generacji par e-h od tego kontaktu. W zależności od długości przebywanej drogi do kontaktu omowego prąd I_{EBIC} przepływa przez większą lub mniejszą rezystancję tej warstwy. Gdy rezystancja pozostałych części obwodu EBIC nie zmienia się w zależności od położenia wiązki elektronowej, wtedy całkowite zmiany rezystancji R_{EBIC} wynikają tylko z tych zmian długości drogi nośników prądu w badanej warstwie. Jest to typowa sytuacja dla przepływu prądu I_{EBIC} przez złącze planarne do podłoża i spodu struktury, na którym jest drugi kontakt omowy.

Kiedy zewnętrzna zmienna rezystancja R_C (np. zmienny opornik dekadowy) zostaje umieszczona w obwodzie pomiarowym EBIC (rys. 2), wówczas może być utrzymywana stała, niezależna od zmian położenia wiązki elektronowej wartość



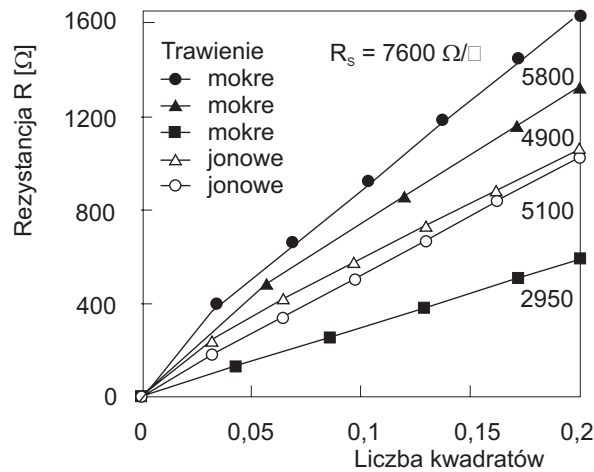
Rys. 2. Schematy układu pomiarowego dla metody w przypadku dwóch zastosowań: a) przykładowy pasek rezystancyjny typu p; b) warstwa typu p stanowiąca ograniczenie boczne w heterostrukturze laserowej AlGaAs/GaAs typu *ridge waveguide* ze studnią kwantową InGaAs. Kontakt omowy na wierzchu struktury jest oznaczony jako zaciemniony prostokąt. Drugi kontakt omowy znajduje się na spodzie struktury.

prądu I_{EBIC} . Jest to efektem zmian rezystancji R_C kompensujących przeciwne zmiany rezystancji R_{EBIC} , wynikające ze zmian długości drogi nośników prądu w badanej warstwie. Kryterium stałej wartości prądu I_{EBIC} pozwala wyznaczyć wartości kompensujących rezystancji R_C , przy których całkowita rezystancja obwodu R_{EBIC} jest niezmienna (skoro niezmiennie jest I_{EBIC}) dla różnych położenia wiązki. Bez względu na wartości zmian R_C i zmian rezystancji warstwy wynikających ze zmiany położenia wiązki są wtedy sobie równe.

Rezystancja R_C blisko kontaktu omowego zmienia się nierzadko nieliniowo wraz z odległością D . Przy dalszym wzroście odległości zmiany rezystancji R_C o wartość ΔR_C stają się jednak liniowe wraz z odległością D i wtedy określają rezystancję powierzchniową R_S ze znanej zależności $R_S = W\Delta R_C/D$. Na rys. 2 przedstawiono układ pomiarowy dla dwóch przykładowych przypadków ścieżki (rys. 2a) oraz warstwy (rys. 2b) półprzewodnikowej. Warstwy typu p oraz n mogą być zamienione. Na rysunkach nie zaznaczono warstw metalizacji i izolacji pokrywających strukturę.

Metodę zastosowano do pomiaru rezystancji warstwy zagrzebanej, która stanowi ograniczenie boczne w heterostrukturach laserowych typu *ridge waveguide*, wytworzonych w Zakładzie Fizyki i Technologii Struktur Niskowymiarowych przy użyciu technologii epitaksji z wiązek molekularnych MBE (rys. 2b). Heterostruktury mają studnię kwantową InGaAs, omowe kontakty metaliczne na wierzchu obszaru mesy p^+ -GaAs i na spodzie obszaru n^+ -GaAs oraz tlenek pokrywający ograniczenia boczne $Al_xGa_{1-x}As$.

Ograniczenia boczne po obydwu stronach obszaru mesy dzięki dużej rezystancji minimalizują przepływ prądu w obszarach poza mesą, co jest istotne dla prawidłowego działania lasera. Obszary typu p-AlGaAs są pocienione w obszarach poza mesą poprzez mokre trawienie chemiczne albo trawienie jonowe (RIE).



Rys. 3. Wykresy rezystancji w funkcji liczby kwadratów mierzonej warstwy. Nachylenie liniowych części wykresu wykazują podobne wartości R_S dla próbek trawionych jonowo i znaczne rozproszenie dla próbek poddanych mokremu trawieniu chemicznemu struktur wykonanych w jednym procesie MBE.

Wiązkę elektronową przesuwano prostopadle do krawędzi mesy na strukturze laserowej (rys. 2b). Dla dostatecznie wysokich I_{beam} prąd I_{EBIC} wzrastał przy przesuwaniu wiązki (np. przy skanowaniu struktury) w kierunku kontaktu omowego na mesie. Dla ograniczeń bocznych, wykonanych przy użyciu trawienia jonowego, zmiany przestrzenne I_{EBIC} po obydwu stronach mesy były praktycznie identyczne, a dla wykonanych przy użyciu mokrego trawienia chemicznego wykazywały znaczne różnice po przeciwnych stronach obszaru mesy.

Wykresy rezystancji w funkcji liczby kwadratów mierzonej warstwy są widoczne na rys. 3. Nachylenia liniowych części wykresu wykazują podobne wartości R_S dla dwóch próbek trawionych jonowo. Dla trzech próbek poddanych mokremu trawieniu chemicznemu struktur wykonanych w jednym procesie MBE wartości R_S są znacznie bardziej rozproszone.

4. Analiza przemian fazowych zachodzących przy tworzeniu się krzemków platyny oraz irydu

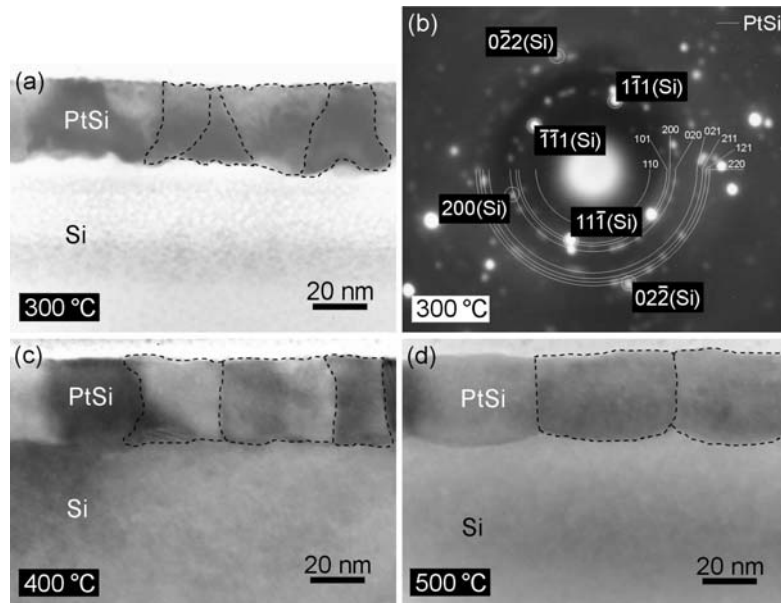
Celem pracy było wyjaśnienie zjawisk zachodzących przy tworzeniu się metalicznych krzemków w strukturach Pt/Si oraz Ir/Si, charakteryzujących się niską barierą Schottky'ego dla krzemu typu p. W najnowszych zastosowaniach kontakty takie stanowią samodzielne obszary źródło/dren w tranzystorach MOSFET bez implantowania lub wdyfundowania domieszki.

Wygrzewanie struktury Pt/Si w zakresie temperatur $300 \div 500^\circ\text{C}$ (rys. 4) prowadzi do całkowitej reakcji platyny z krzemem i w rezultacie do tworzenia się krystalicznego krzemku platyny. Analiza obrazów dyfrakcyjnych wykazała, że w badanych strukturach tworzy się rombowa faza PtSi (rys. 4b). Wygrzewanie powoduje, że grubość warstwy krzemku platyny wzrasta prawie dwukrotnie w stosunku do początkowej grubości warstwy platyny (15 nm).

Po wygrzewaniu w 300°C w warstwie krzemku widoczne są duże ziarna o nieregularnych kształtach, które wypełniają całą grubość warstwy (rys. 4a). Wyższa temperatura wygrzewania (400°C) powoduje zwiększenie rozmiarów ziaren krzemku platyny, które w przekroju mają kształt zbliżony do prostokątów (rys. 4c).

Po wygrzewaniu w 500°C w warstwie krzemku platyny tworzą się duże wydłużone ziarna z zaokrągloną dolną granicą (rys. 4d), toteż grubość warstwy na granicy ziaren nieznacznie maleje, natomiast w środku ziaren wzrasta o kilka nanometrów. Zmiana kształtu ziaren PtSi podczas wygrzewania jest spowodowana zjawiskiem koalescencji. Zanika granica ziaren w wyniku wspinania się dyslokacji tworzących granicę oraz obrotu jednego z sąsiadujących ziaren, co prowadzi do ich łączenia się.

Odmienne przebiega proces tworzenia krzemku irydu w strukturze Ir/Si. Po wygrzewaniu w temperaturze 300°C i 400°C tylko część irydu reaguje z krzemem, tworząc kilkunanometrową amorficzną warstwę krzemku irydu między pozostałym irydem a podłożem krzemowym (rys. 5a i b). Obraz dyfrakcyjny (rys. 5d) ujawnia

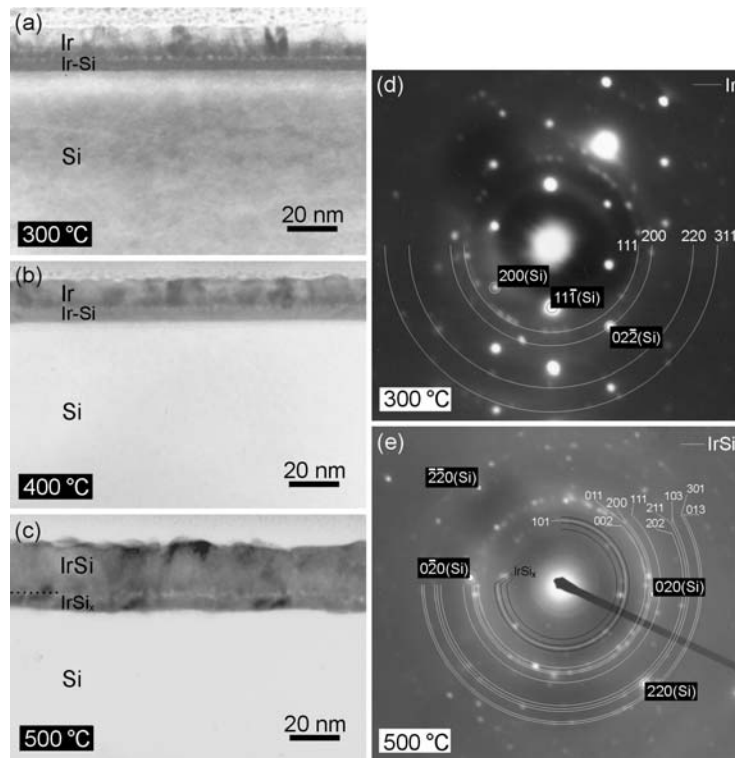


Rys. 4. Przekroje struktury Pt/Si wygrzewanej w 300°C (a), gdzie (b) jest obrazem dyfrakcyjnym dla tej próbki, 400°C (c) i 500°C (d). Na rysunkach (a) oraz (c–d) poprzez zaznaczenie kształtu ziaren PtSi jest przedstawiona zmiana kształtu ziaren po wygrzewaniach wywołana zjawiskiem koalescencji.

obok refleksów pochodzących od podłoża krzemowego również polikrystaliczne pierścienie pochodzące od nieprzereagowanego irydu.

Tworzenie się amorficznego krzemku irydu w pierwszym etapie reakcji jest spowodowane dużą energią swobodną mieszania się składników w trakcie procesu. Amorficzna warstwa rośnie zazwyczaj do maksymalnej grubości (ok. kilku nanometrów) i następnie wraz z wydłużeniem czasu lub wzrostem temperatury wygrzewania zachodzi jej przemiana w warstwę krystaliczną. Dopiero wygrzewanie w 500°C powoduje całkowitą reakcję irydu z krzemem i tworzenie się krystalicznej warstwy krzemku irydu o grubości prawie dwukrotnie większej niż grubość warstwy metalizacji przed wygrzewaniem. Warstwa krystaliczna jest niejednorodna i składa się z dwóch faz – grubszej górnej części oraz poniżej cieńszej fazy ponad podłożem krzemowym (rys. 5c). Analiza obrazu dyfrakcyjnego struktury wygrzewanej w 500°C wykazała, że fazą dominującą w warstwie krzemku irydu jest faza rombowa IrSi (rys. 5e). Obraz dyfrakcyjny ujawnił również kilka refleksów pochodzących prawdopodobnie od fazy jednoskośnej IrSi_{1,5}. Obecność fazy o większej zawartości krzemu pomiędzy fazą IrSi a podłożem krzemowym sugeruje, że dla reakcji w 500°C dominuje dyfuzja atomów krzemu.

Wzrost grubości warstw krzemkowych w stosunku do początkowej grubości warstw metalu (15 nm) jest spowodowany zmianą struktury krystalicznej. W układzie rombowym, w którym krystalizują PtSi oraz IrSi, parametry sieci krystalicznej są większe niż w układzie regularnym, jaki mają platyna oraz iryd. Zwiększenie para-



Rys. 5. Przekroje struktury Ir/Si wygrzewanej w: 300°C (a), 400°C (b) i 500°C (c) oraz obrazy dyfrakcyjne struktur wygrzewanych w 300°C (d) i 500°C (e)

metrów sieci krystalicznej powoduje wzrost rozmiarów sieci krystalicznej i w konsekwencji widoczny wzrost grubości warstw krzemkowych.

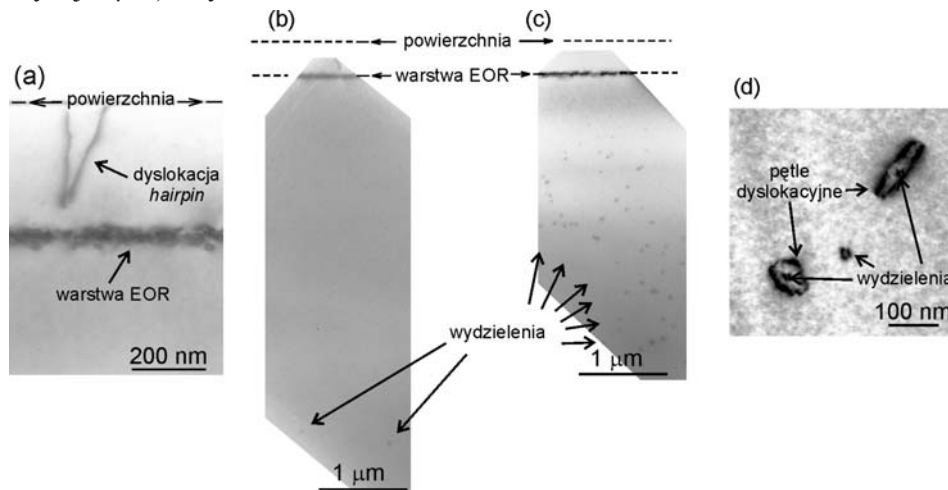
5. Analiza typów dyslokacji w krzemie metodami mikroskopii elektronowej

W pracy zastosowano metodę pozwalającą określić typy dyslokacji w celu korelacji wyników fotoluminescencji (PL) i transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Zbadano strukturę defektów w płytkach krzemowych poddanych amorfizującej implantacji krzemu oraz wygrzewaniu i określono wpływ ciśnienia hydrostatycznego podczas wygrzewania na strukturę defektów w badanym materiale.

Badania przeprowadzono na płytkach krzemowych otrzymanych metodą Czochralskiego typu p, o orientacji (100), implantowanych jonami krzemu (implantacja Si:Si) o energii 160 keV i dawce $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. Badania przy użyciu TEM wykazały, że w wyniku implantacji wytworzyła się jednolita warstwa amorficzna, rozciągająca się od powierzchni do głębokości 360 nm. Próbkę wygrzano przez 5 h w Ar w tem-

peraturze 1070 K albo 1400 K, pod ciśnieniem atmosferycznym ($AP = 10^5$ Pa) lub podwyższonym ciśnieniem hydrostatycznym ($HP = 1,5$ GPa) w Zakładzie Badań Wysokociśnieniowych Półprzewodników.

Struktura defektów zależy od temperatury wygrzewania. Badania TEM wykazały, że dyslokacje uformowane podczas wygrzewania w 1070 K zarówno pod atmosferycznym, jak i wysokim ciśnieniem są obecne głównie w obszarze cienkiej warstwy (rys. 6a), powstałej z tzw. defektów *end-of-range* (EOR). Położona jest ona na głębokości 360 nm, co odpowiada interfejsowi kryształ/obszar-amorficzny w próbce po implantacji. Obok warstwy EOR zaobserwowano również obecność dyslokacji rozciągających się do powierzchni materiału od głębokości mniejszej lub równej głębokości warstwy EOR. Tego typu dyslokacje o charakterystycznym kształcie, znajdujące się w zrekrystalizowanym krzemie powyżej warstwy EOR, określane są jako dyslokacje *hairpin* (rys. 6a). Najbardziej widoczną różnicą pomiędzy próbkami wygrzanymi w 1070 K pod ciśnieniem atmosferycznym lub podwyższonym jest różnica w gęstości wydzielen tlenowych obecnych w całej objętości płytki poza obszarem bliskim powierzchni (rys. 6b i c). Pętle dyslokacyjne o rozmiarach umożliwiającym ich odróżnienie od wydzielen, wokół których występują, zaobserwowano w badanym materiale na większych głębokościach (powyżej $5 \mu\text{m}$) – rys. 6d.

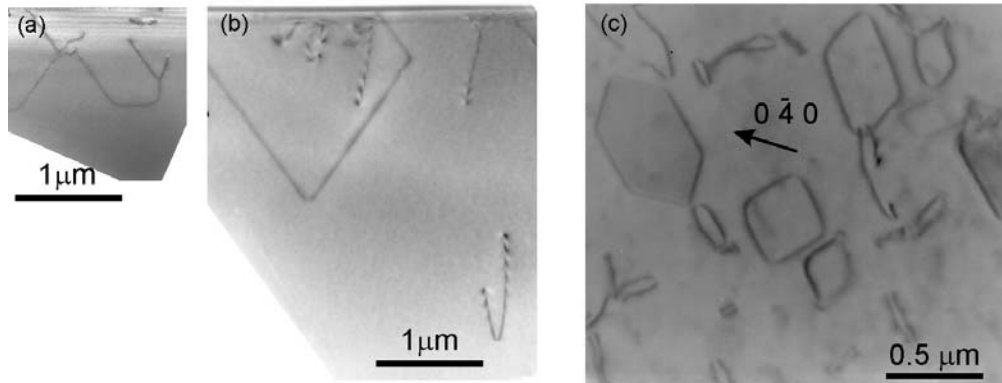


Rys. 6. Obrazy transmisyjnej mikroskopii elektronowej implantowanego krzemu poddanego wygrzewaniu przez 5 h w 1070 K pod ciśnieniem $AP = 10^5$ Pa (a, b), pod ciśnieniem $HP = 1,5$ GPa (c, d). Przekroje poprzeczne (a–c), obraz planarny (d)

Badania metodą fotoluminescencji wykazują, że natężenie linii PL pochodzących od dyslokacji w próbkach wygrzanych w 1070 K jest wyraźnie większe w przypadku próbki wygrzanej pod wysokim ciśnieniem. Wobec stwierdzonego przy użyciu TEM braku różnic w strukturze warstwy EOR przyczyny leżą w różnicach gęstości pozostałych defektów, czyli dyslokacji typu *hairpin* i/lub defektów tlenowych. Stwierdzono, że gęstość dyslokacji *hairpin* jest mniejsza w próbce wygrzanej pod

wysokim ciśnieniem, czyli nie są one źródłem dużego natężenia linii PL. Przyczyną może być natomiast wysoka gęstość wydzielen tlenowych w tej próbce oraz związane z nimi pętle dyslokacyjne.

Próbki wygrzane w temperaturze 1400 K wykazują odmienną strukturę defektów. Nie ma warstwy EOR, a dyslokacje rozciągają się głęboko wewnątrz materiału. W pobliżu powierzchni nie stwierdzono wydzielen tlenowych. Z porównania obrazów TEM przekrojów poprzecznych próbek wygrzanych pod ciśnieniem atmosferycznym albo wysokim (rys. 7a, b) wynika, że dyslokacje rozciągają się dalej w głąb materiału w przypadku próbki wygrzanej pod wysokim ciśnieniem.



Rys. 7. Obrazy TEM próbek wygrzanych w 1400 K: (a) pod ciśnieniem atmosferycznym $AP = 10^5$ Pa (a), pod wysokim ciśnieniem $HP = 1,5$ GPa (b, c). Przekroje poprzeczne (a–b), obraz planarny (c).

Wyniki fotoluminescencji dla próbki wygrzanej w 1400 K pod wysokim ciśnieniem nie wykazały linii pochodzących od dyslokacji. W materiale są jednak obecne dyslokacje o znacznej gęstości, widoczne na planarnym obrazie TEM omawianej próbki (rys. 7c). W celu wyjaśnienia rozbieżności między wynikami PL a TEM przeprowadzono szczegółową analizę dyslokacji w tej próbce. Stwierdzono, że dominującymi defektami w materiale są doskonałe pryzmatyczne pętle dyslokacyjne leżące w płaszczyznach typu $\{110\}$. Segmenty tych pętli leżą wzdłuż kierunków typu $\langle 112 \rangle$, a wektor Burgersa jest prostopadły do płaszczyzny pętli. Zaobserwowano ponadto błędy ułożenia otoczone częściowymi dyslokacjami Franka. Stwierdzono również niewielką ilość dyslokacji 60-stopniowych.

Opierając się na aktualnej wiedzy o luminescencji dyslokacji można wyciągnąć wniosek, że brak dyslokacyjnego sygnału PL w omawianej próbce jest efektem niskiej gęstości dyslokacji śrubowych i 60-stopniowych, jak również małej gęstości przecięć między występującymi pętlami dyslokacyjnymi. Nie jest on wynikiem ogólnej, małej gęstości dyslokacji, gdyż przy użyciu TEM stwierdzono wysoką ich gęstość. Uzyskane wyniki pozwoliły ponadto na przeprowadzenie dyskusji nad wpływem ciśnienia hydrostatycznego na ewolucję defektów w implantowanym krzemie.

6. Opis zjawisk transportu ciepła i ładunku w strukturach molekularnych

Oddziaływanie promieniowania laserowego z takimi nanoobjektami, jak nanoziarna i nanorurki węglowe stanowi główne źródło informacji o budowie i własnościach struktur molekularnych. W szczególności badanie ich metodami laserowymi przyczyniło się do rozwoju struktur MEMS i NEMS (Micro- i Nano-Electro-Mechanical Systems). Wyjątkowe własności nanorurek węglowych, w tym zjawisko transportu balistycznego, stwarzają nowe możliwości ich zastosowania w tranzystorach polowych CNTFET (Carbon NanoTubes Field Effect Transistors). W przypadku nanorurek węglowych należy spodziewać się kwantowych własności transportu ładunku i energii termicznej, gdyż średnia droga swobodna elektronów w nanorurkach λ_e jest rzędu długości fali de Broglie'a dla elektronów λ_B .

W ciągu ostatnich kilku lat zostały rozwinięte metody uzyskiwania impulsów laserowych, dla których czas trwania impulsu Δt jest rzędu attosekund ($1 \text{ as} = 10^{-18} \text{ s}$). Najkrótsze zmierzone czasy relaksacji τ są rzędu 10^{-14} s . Biorąc pod uwagę to, że dla impulsów attosekundowych zachodzi $\Delta t < \tau$, zjawiska transportu kwantowego w nanorurkach należy opisywać kwantowym równaniem hiperbolicznym:

$$\frac{\tau \partial^2 T}{\partial^2 t} + \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\hbar}{m} \frac{\partial^2 T}{\partial^2 x}, \quad (1)$$

gdzie: T – temperatura struktury, m – masa nośników ciepła, τ – czas relaksacji.

W trakcie realizacji tematu statutowego zbadano kwantowe zjawiska transportu w nanorurkach. Dla transportu kwantowego spełniony jest warunek $\lambda_B = \lambda_e$. Wykazano, że dla N nośników [1] równanie opisujące transport ciepła ma postać:

$$N\tau \frac{\partial^2 T}{\partial^2 t} + \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\hbar N^{1/3}}{m} \frac{\partial^2 T}{\partial^2 x}, \quad (2)$$

a transport ładunku w nanorurkach opisuje równanie analogiczne do równ. (2):

$$N\tau \frac{\partial^2 N}{\partial^2 t} + \frac{\partial N}{\partial t} = \frac{\hbar N^{1/3}}{m} \frac{\partial^2 N}{\partial^2 x}. \quad (3)$$

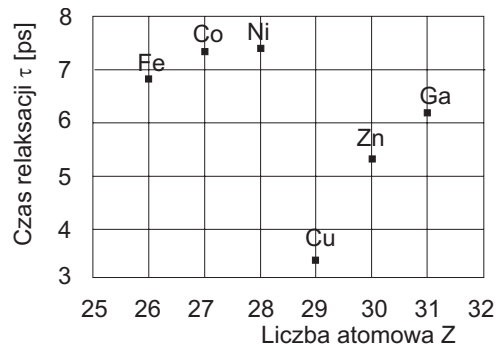
Równanie (2) jest kwantowym liniowym równaniem hiperbolicznym opisującym transport energii termicznej ze skończoną prędkością v . Oznacza to, że równ. (2) w odróżnieniu od standardowego równania dyfuzji przy $\tau = 0$, czyli:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\hbar N^{1/3}}{m} \frac{\partial^2 T}{\partial^2 x} \quad (4)$$

jest zgodne ze szczególną teorią względności, gdyż równanie dyfuzji otrzymuje się z równ. (2) przyjmując, że $v \rightarrow \infty$, czyli $v > c$. Równanie (3) jest nieliniowym kwantowym równaniem hiperbolicznym. Nieliniowa struktura równ. (3) prowadzi do

nowych zjawisk, których można oczekiwać w nanorurkach węglowych, tj. do generacji nieliniowych fal ładunku.

Wykorzystując przedstawione rozważania teoretyczne obliczono czasy relaksacji dla walencyjnych elektronów w metalach o liczbie atomowej Z od 26 do 31 (rys. 8),



Rys. 8. Obliczone czasy relaksacji dla walencyjnych elektronów w metalach o liczbie atomowej Z od 26 do 31 dla nanoziaren o takim rozkładzie promieni, że $\langle R \rangle = 5$ nm

uwzględniając to, że rozmiar metalicznych nanoziaren jest opisany rozkładem statystycznym. Zastosowany w obliczeniach rodzaj tego rozkładu statystycznego oparto o analizę zdjęć wykonanych na skaningowym mikroskopie elektronowym.

7. Podsumowanie

W trakcie realizacji zadania statutowego zbadano transport energii termicznej i ładunku w nanorurkach oraz nanoziarnach. Wykazano, że w nanorurkach oświetlonych impulsami attosekundowymi równanie transportu energii termicznej jest liniowym kwantowym równaniem hiperbolicznym, a równanie transportu ładunku jest nieliniowym równaniem hiperbolicznym. Ze względu na nieliniowy charakter równ. (3) należy spodziewać się możliwości generacji nieliniowych fal gęstości ładunku w nanorurkach węglowych. Za pomocą liniowego równania hiperbolicznego opisano proces relaksacji termicznej w nanoziarnach. Zaproponowano nowe podejście do obliczania czasów relaksacji, uwzględniające rozkład statystyczny rozmiarów ziaren. Wyznaczono dla tego przypadku czasy relaksacji termicznej elektronów dla elektronów walencyjnych w nanoziarnach metalicznych.

Publikacje'2006

[P1] CIOSEK J., RATAJCZAK J.: Influence of Temperature-Pressure Treatment on the Heavily Hydrogenated Silicon Surface. *Appl. Surface Sci.* 2006 vol. 252 s. 6115–6118.

[P2] CZERWIŃSKI A., PŁUSKA M., RATAJCZAK J., KĄTCKI J.: In-situ EBIC Measurements of Local-Thickness in Semiconductor Devices. *J. of Microscopy* 2006 vol. 224 s. 86–88.

- [P3] CZERWIŃSKI A., PŁUSKA M., RATAJCZAK J., SZERLING A., KĄTCKI J.: Resistance and Sheet Resistance Measurements Using Electron Beam Induced Current. *Appl. Phys. Lett.* 2006 vol. 89 nr 24 s. 1–3.
- [P4] CZERWIŃSKI A., PŁUSKA M., RATAJCZAK J., SZERLING A., KĄTCKI J.: Layer or Strip Resistance Measurement by EBIC. *Mater. Trans.* (przyjęte do druku).
- [P5] KOZŁOWSKI M., MARCIAK-KOZŁOWSKA J.: Thermal Processes Using Attosecond Laser Pulses. [w] Springer Series in Optical Sciences 2006 vol. 121 s. 1–232, Springer, New York, 2006.
- [P6] KOZŁOWSKI M., MARCIAK-KOZŁOWSKA J.: On the Possible Thermal Tachyons Generated by Attosecond Laser Pulses. *Lasers in Eng.* 2006 vol. 16 s. 61–68.
- [P7] KOZŁOWSKI M., MARCIAK-KOZŁOWSKA J., CZERWIŃSKI A., WZOREK M., PŁUSKA M.: Thermal Relaxation Times for Nanoparticles Heated by Ultra Short Laser Pulses. *Lasers in Eng.* (przyjęte do druku).
- [P8] ŁASZCZ A., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., KĄTCKI J., BREIL N., DUBOIS E., LARRIEU G.: TEM Study of Iridium Silicide Contact Layers for Low Schottky Barrier MOSFETs. *Arch. of Metallurgy a. Mater.* (przyjęte do druku).
- [P9] ŁASZCZ A., KĄTCKI J., RATAJCZAK J., CZERWIŃSKI A., BREIL N., DUBOIS E., LARRIEU G.: TEM Study of PtSi Contact Layers for Low Schottky Barrier MOSFETs. *Nucl. Instr. & Meth. in Phys. Res. B* 2006 vol. 253 s. 274–277.
- [P10] ŁASZCZ A., KĄTCKI J., RATAJCZAK J., TANG X., DUBOIS E.: TEM Characterisation of Erbium Silicide Formation Process Using Pt/Er Stack on the Silicon-on-Insulator Substrate. *J. of Microscopy* 2006 vol. 224 s. 38–41.
- [P11] MARCIAK-KOZŁOWSKA J., KOZŁOWSKI M.: Interaction of Ultrashort Laser Pulses with Carbon Nanotubes. *Lasers in Eng.* 2006 vol. 16 s. 39–50.
- [P12] MARCIAK-KOZŁOWSKA J., KOZŁOWSKI M.: On the Heisenberg Uncertainty Principle for Heat Phenomena Induced by Continuous High Energy Laser Pulses. *Lasers in Eng.* 2006 vol. 16 s. 317–234.
- [P13] MARCIAK-KOZŁOWSKA J., KOZŁOWSKI M., PELC M.: Klein-Gordon Thermal Equation with Casimir Potential for Ultra-Short Laser Pulses. *Lasers in Eng.* 2006 vol. 16 s. 173–180.
- [P14] MARCIAK-KOZŁOWSKA J., KOZŁOWSKI M., PELC M.: Klein-Gordon Thermal Equation for Microtubules Excited by Ultra-Short Laser Pulses. *Lasers in Eng.* 2006 vol. 16 s. 195–206.
- [P15] MARONA L., WIŚNIEWSKI P., LESZCZYŃSKI M., PRYSTAWKO P., GRZEGORY I., SUSKI T., POROWSKI S., CZARNECKI R., CZERWIŃSKI A., PŁUSKA M., RATAJCZAK J., PERLIN P.: Comprehensive Study of Reliability of InGaN Based Laser Diodes. *Konf. Photonic West 2007, Symp. Laser 2007, Novel In-Plane Semiconductor Lasers VI, San Jose, California, USA, 20–25.01.2007. Proc. of SPIE* t. 6485 (przyjęte do druku).
- [P16] MROZIEWICZ B., KOWALCZYK E., DOBRZAŃSKI L., RATAJCZAK J., LEWANDOWSKI S. J.: External Cavity Diode Lasers with E-beam Written Silicon Diffraction Gratings. *Optic. a. Quantum Electron.* (zgł. do druku).
- [P17] PELC M., KOZŁOWSKI M., MARCIAK-KOZŁOWSKA J.: High Order Wave Equation for Thermal Transport Induced by Ultra Short Laser Pulses. *Lasers in Eng.* 2006 vol. 16 s. 19–26.
- [P18] PELC M., KOZŁOWSKI M., MARCIAK-KOZŁOWSKA J.: Propagation of Thermal Disturbances in Minkowski Spacetime Generated by Continuous Laser Pulses. *Lasers in Eng.* (zgł. do druku).
- [P19] PŁUSKA M., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., KĄTCKI J., RAK R.: Elimination of SEM-Image Periodic Distortions with Digital Signal Processing Methods. *J. of Microscopy* 2006 vol. 224 s. 89–92.

[P20] SZERLING A., KOSIEL K., WÓJCIK-JEDLIŃSKA A., PŁUSKA M., BUGAJSKI M.: Investigation of Oval Defects in (In)Ga(Al)As/GaAs Heterostructures by Spatially-Resolved Photoluminescence and Micro-Cathodoluminescence. *Mater. Sci. in Semicond. Process.* 2006 vol. 9 s. 25–30.

[P21] WZOREK M., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., MISIUK A., KĄTCKI J.: Hydrostatic Pressure Effect on Dislocation Evolution in Self-Implanted Si Investigated by Electron Microscopy Methods. *Vacuum* (przyjęte do druku).

[P22] WZOREK M., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., MISIUK A., KĄTCKI J.: Defect Structure in Self-Implanted Silicon Annealed under Enhanced Hydrostatic Pressure-Electron Microscopy Study. *phys. stat. sol. C* (przyjęte do druku).

[P23] WZOREK M., KĄTCKI J., PŁUSKA M., RATAJCZAK J., JAROSZEWICZ B., DOMAŃSKI K., GRABIEC P.: Buried Amorphous-Layer Impact on Dislocation Densities in Silicon. *J. of Microscopy* 2006 vol. 224 s. 104–107.

Konferencje'2006

[K1] CZERWIŃSKI A., PŁUSKA M., RATAJCZAK J., SZERLING A., KĄTCKI J.: Novel Quantitative Non-Linear EBIC Method for Characterization of Semiconductor Buried Layers, Paths and Nanostructures. 6th Japanese-Polish Joint Sem. on Materials Analysis (JPJMSA), Ateyama Kokusai, Toyama, Japonia, 10–13.09.2006 (ref. zapr.).

[K2] ŁASZCZ A., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., KĄTCKI J., BREIL N., DUBOIS E., LARRIEU G.: TEM Study of Iridium Silicide Contact Layers for Low Schottky Barrier MOSFETs. 2006 E-MRS Fall Meet. Warszawa, 4–8.09.2006.

[K3] ŁASZCZ A., KĄTCKI J., RATAJCZAK J., CZERWIŃSKI A., BREIL N., DUBOIS E., LARRIEU G.: TEM Study of PtSi Contact Layers for Low Schottky Barrier MOSFETs. The E-MRS 2006 Spring Meet. (E-MRS - IUMRS - ICEM 06), Nicea, Francja, 29.05–2.06.2006.

[K4] SZERLING A., KOSIEL K., PŁUSKA M., CZERWIŃSKI A., BUGAJSKI M.: Device Processing of Infrared Emitters. Sem. Nauk. "Nanostruktury i Nanotechnologie" (SNNN), Bezmiechowa Górna k. Leska, 6–8.10.2006.

[K5] WZOREK M., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., MISIUK A., KĄTCKI J.: Hydrostatic Pressure Effect on Dislocation Evolution in Self-Implanted Si Investigated by Electron Microscopy Methods. VI Int. Conf. ION Implantation and Other Applications of Ions and Electrons (ICII-06), Kazimierz Dolny, 26–29.06.2006.

[K6] WZOREK M., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., MISIUK A., KĄTCKI J.: Defect Structure in Self-Implanted Silicon Annealed under Enhanced Hydrostatic Pressure-Electron Microscopy Study. Konf. Extended Defects in Semiconductors (EDS 2006). Halle/Saale, Niemcy, 17–22.09.2006.

Patenty i zgłoszenia patentowe'2006

[PA1] CZERWIŃSKI A.: Sposób wyznaczania składowych brzegowych prądu diody z bramką. Pat. RP z dn. 23.11.2006 wg zgł. nr P343985.

[PA2] CZERWIŃSKI A., PŁUSKA M., RATAJCZAK J., KĄTCKI J.: Sposób pomiaru rezystancji warstw półprzewodnikowych. Zgł. pat. nr P381016 z dn. 9.11.2006.

[PA3] PŁUSKA M., CZERWIŃSKI A., RATAJCZAK J., KĄTCKI J., OSKWAREK Ł., RAK R.: Sposób wyznaczania indukcji pola magnetycznego obecnego w komorze skaningowego mikroskopu elektro-nowego. Zgł. pat. nr P381228 z dn. 5.12.2006.