

Sumario

SUMARIO.....	92
4.1.CRECIMIENTO EPITAXIAL EN FASE SÓLIDA DE $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$	94
4.1.1.Elaboración del material.....	94
4.1.2.Crecimiento epitaxial en fase sólida de las aleaciones $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ en hornos convencionales (<i>FA</i>).....	98
4.1.3.Análisis estructural de las capas por RX.....	98
4.1.3.1.Barridos -2	98
4.1.3.2.Curvas <i>rocking</i>	99
4.1.3.3.Parámetros de red.....	105
4.1.4.Crecimiento epitaxial en fase sólida de las aleaciones $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ en hornos de recocido rápido (<i>RTA</i>).....	108
4.1.4.1.Barridos -2	108
4.1.4.2.Curvas <i>rocking</i>	109
4.1.4.3.Determinación del parámetro de red.....	111
4.1.5.Mapas del espacio recíproco y perfiles SIMS de las aleaciones obtenidas mediante <i>FA</i> y <i>RTA</i>	113
4.1.5.1.Mapas del espacio recíproco (<i>RSM</i>).....	113
4.1.5.2.Perfiles SIMS.	117
4.1.6.Caracterización morfológica por TEM	118
4.1.7.Caracterización estructural por DRX de las muestras C después de tratamiento térmico	125
4.1.7.1.Determinación del parámetro de red.....	128
4.2.CRECIMIENTO EPITAXIAL DE $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ MEDIANTE CVD.....	130
4.2.1.Obtención de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ Por CVD.....	130
4.2.2. <i>Caracterización estructural por difracción de RX</i>	131
4.2.2.1.Barrido -2	131
4.2.2.2.Curvas <i>rocking</i>	132
4.2.2.3.Determinación del parámetro de red de las aleaciones.....	134
4.2.3.Perfiles SIMS.....	137
4.2.4.Caracterización morfológica por SEM y AFM.....	138
4.2.4.1.Caracterización por SEM.....	138

4.2.4.2. Caracterización por AFM.....	139
4.2.5. Discusión de los resultados.....	141
REFERENCIAS.....	148

En este capítulo se presenta el conjunto de resultados obtenidos para la formación de capas epitaxiales de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ utilizando dosis de implantación de C elevadas en el crecimiento de Epitaxia en Fase Sólida y un precursor inédito como fuente de carbono en el crecimiento vía Deposición Química en Fase Vapor. Una importante parte se dedica a analizar los efectos de la implantación sobre la calidad cristalina de las capas obtenidas y también, la influencia de la temperatura y los tiempos de recocido sobre la proporción del carbono sustitucional y la formación de defectos durante los recocidos.

4.1. Crecimiento epitaxial en fase sólida de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$.

El crecimiento epitaxial en fase sólida de aleaciones metastables es una técnica que se está investigando activamente para aplicaciones en dispositivos. Concretamente, estudios previos [1] han demostrado que se pueden crecer capas pseudomórficas de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ mediante implantación de C en sustrato de Si. Al aumentar el contenido de C se reduce la calidad de la aleación, además la incorporación de carbono en sitios sustitucionales baja considerablemente.

4.1.1. Elaboración del material

El principio de elaboración del material se fundamenta en introducir átomos de carbono en una red monocristalina de silicio en unas condiciones determinadas que detallaremos más adelante, y estudiar la reordenación de la estructura cristalina asociada a la formación de las capas de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ después de los tratamientos térmicos. Para este fin se han preparado dos tipos de muestras utilizando sustrato de silicio con las siguientes características: conductividad tipo N, dopante Fósforo.

Muestras B: la obtención de estas muestras se ha hecho en dos etapas, la primera consiste en amorfizar el silicio utilizando iones de Si^+ con una energía de 180 keV y una dosis de $5 \times 10^{15} \text{ ion/cm}^2$ [2,3]. Para asegurar la reproducibilidad de la etapa de preamorfización, la implantación de silicio se ha realizado a las temperaturas del nitrógeno líquido. Después, se efectúa un segundo proceso de implantación utilizando iones de carbono con una energía de 40 keV y una dosis de $7 \times 10^{15} \text{ ion/cm}^2$. Posteriormente, mediante recocidos a diversas temperaturas se llega a formar las aleaciones de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ por crecimiento epitaxial en fase sólida [4].

Muestras C: antes de realizar el proceso de implantación hemos crecido una capa de óxido térmico del orden de unos 1000Å utilizando los hornos de oxidación de atmósfera

seca bajo las condiciones de temperatura y flujo de O_2 de $1050\text{ }^\circ\text{C}$ y 4 l/min respectivamente, en un tiempo de 100 min . La introducción de la capa de óxido tiene como objetivo evitar el problema de canalización en el proceso de implantación y también, para que esta capa actúe como una barrera contra una posible oxidación durante los recocidos. A continuación se realiza la implantación iónica de carbono.

La tabla 4.1 reúne las condiciones de implantación con carbono de las muestras B y C, incluyendo la temperatura de recocido durante la implantación. El uso de altas temperaturas ($450\text{ }^\circ\text{C}$) durante el proceso de implantación permite la reducción de las temperaturas de recocido para la síntesis del material, además de ayudar en la mejora de la reconstitución de la red cristalina del daño introducido por el bombardeo iónico. En cada proceso, se ha determinado la dosis necesaria que permitiría obtener las capas de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ con un porcentaje de carbono del 1.5% .

Muestras	Energía (keV)	Dosis (ion/cm^2)	Temperatura ($^\circ\text{C}$) de implantación
B	40	7×10^{15}	450
C	60	9×10^{15}	450

Tabla 4.1: Condiciones de implantación con C de las muestras.

Las condiciones de implantación utilizadas han sido elegidas previa simulación por el programa Trim de tipo Monte Carlo. Este programa simula la penetración de los iones en el sólido, cuando las energías de los iones varían entre 10 eV y 2 GeV . El programa Trim acepta también blancos complejos, con sustratos formados por más de ocho capas de diferente material. El cálculo permite obtener la distribución final de los iones incidentes en profundidad y todos los fenómenos cinéticos relacionados con la pérdida de energía de los iones, tales como energía de daño del blanco, ionización y producción de fonones. Debemos señalar que en el caso de las muestras B, se ha utilizado una energía relativamente baja, para evitar que el perfil de carbono se extienda hasta la zona de intercara amorfo/cristal (a/c). En efecto, al introducir la etapa de pre-amorfización se generan defectos denominados, defectos de fin de recorrido (End-Off-Range) [5] localizados generalmente en la intercara antigua a/c y, en consecuencia, su presencia puede degradar el crecimiento epitaxial de las capas $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$.

Previamente a los cálculos es importante fijar los siguientes parámetros:

- Descripción del blanco: en este caso señalar si se trata de un sólido o gas

- Densidad y estequiometría: hay que determinar la densidad de cada capa. En nuestro caso se han utilizado el silicio como blanco cuya densidad de 2.3212 g/cm^3 ($4.993 \times 10^{22} \text{ atm/cm}^3$) y SiO_2 cuya densidad de 2.21 g/cm^3 . Las capas compuestas de dos átomos diferentes como SiO_2 se introducen como Si 33% y O 67%.
- E_n : Energía de desplazamiento “*Displacement energy*”, es la energía necesaria para desplazar un átomo de su sitio de origen. Los valores típicos se sitúan entre 15 eV (semiconductores) y 25 eV (metales). Cuando se trata de blancos complejos compuestos de distintas capas con un mismo átomo, por ejemplo SiO_2/Si es necesario distinguir los átomos de Si en cada capa y asignar diferentes energías de desplazamiento a cada una de ellas.
- E_l : Energía de enlace reticular “*Lattice binding energy*”: es la energía que pierde cada átomo al desplazarse de su sitio dentro de la red, en general tiene un valor entre 1-3 eV.
- E_s : Energía de enlace superficial “*Surface binding energy*”: es la energía necesaria para que los átomos salgan del blanco. Esta energía incluye los daños producidos por la irradiación, la relajación superficial, la rugosidad superficial, En general, el valor puede ser asignado por defecto en el programa.

La figura 4.1 muestra los perfiles simulados de las dos muestras obtenidos mediante Trim, a partir de un cálculo rápido de la distribución de daño “*Kinchen-Pease*”. Se trata de los perfiles simulados para las condiciones indicadas en la tabla 4.1.

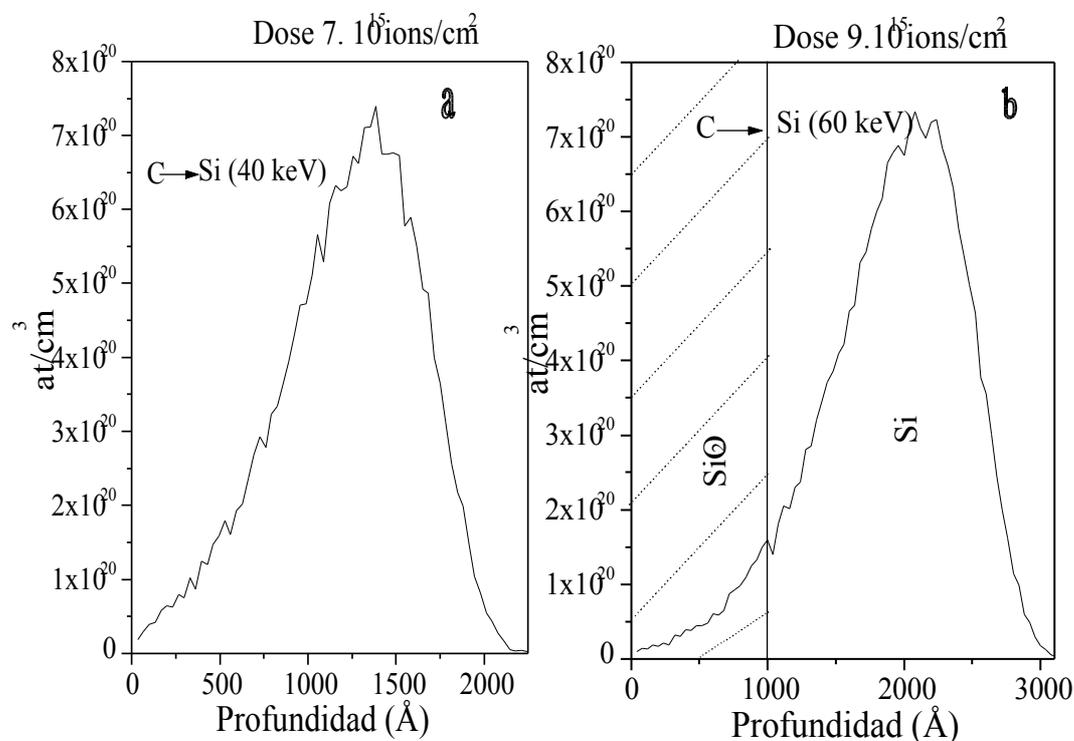


Figura 4.1: Perfiles de implantación de carbono. a) muestra B. b) muestra C.

Se observa que los perfiles obtenidos para ambos tipos de muestras son aproximadamente simétricos. Para las muestras B se ha elegido una energía de 40 keV para evitar que el perfil de carbono se extienda más allá de la zona en que el silicio está amorfizado (gráfica 4.1.a). Para las muestras C la utilización de una energía inferior a 60 keV conduce a que el perfil del carbono tenga un máximo cercano o inmerso en la capa de SiO_2 , mientras que el carbono se halla mayoritariamente en la zona de Si cuando la energía es de 60 keV (gráfica 4.1.b).

En la figura 4.2, se representan los perfiles de carbono, oxígeno y silicio de la muestra B *as implanted* medidos experimentalmente mediante SIMS, y también se comparan los perfiles de carbono simulados y experimentales (gráfica (a)).

Comparando, los perfiles de carbono de la figura 4.2.a, de la muestra B *as implanted*, se observa que el perfil simulado es similar al experimental. Sin embargo, la concentración de carbono medida a partir de SIMS da un valor de 2.9%, algo superior al valor calculado a partir de las simulaciones por Trim (1.5%). En la figura 4.2.b, se observa una señal de oxígeno bastante intensa durante los primeros 10 nm, esta señal proviene del óxido superficial al exponer la muestra en contacto con el aire. A medida que se avanza en profundidad la señal disminuye.

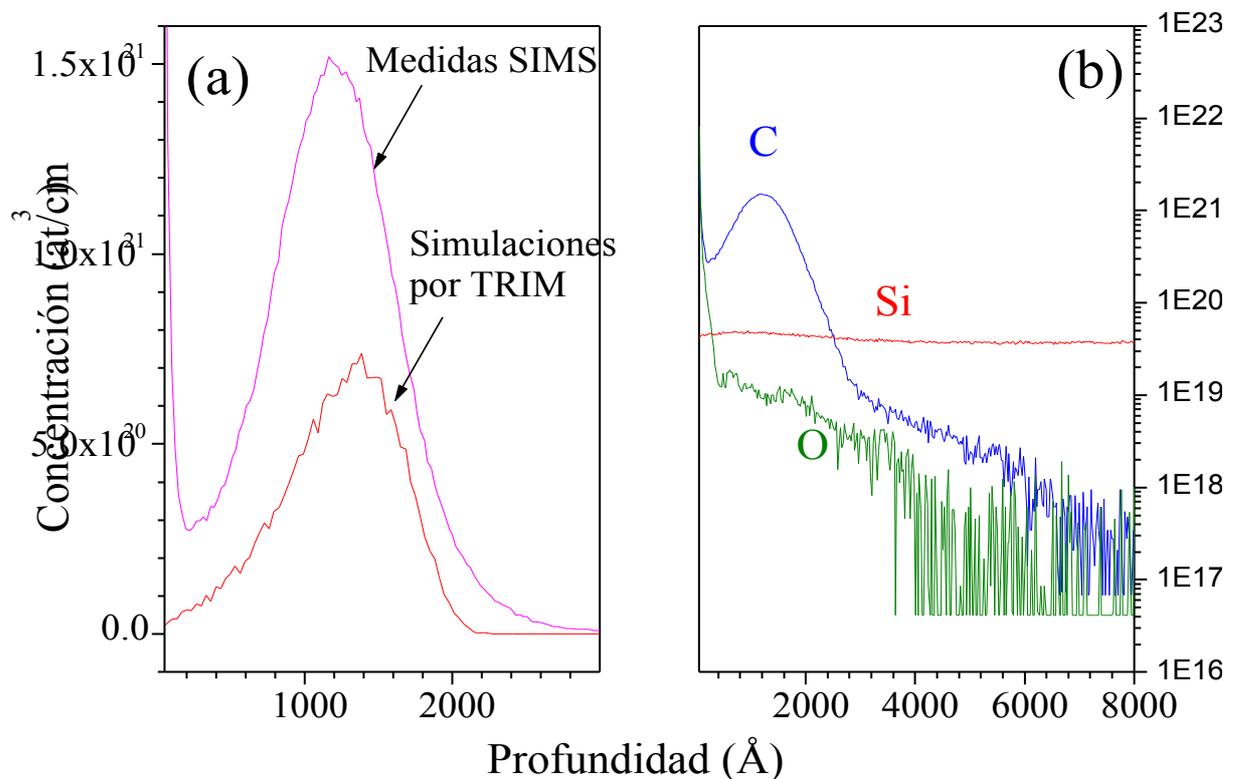


Figura 4.2: (a) La concentración total de C obtenido por SIMS y a partir de las simulaciones por TRIM. (b) Medidas SIMS de la muestra B *As implanted*.

4.1.2. Crecimiento epitaxial en fase sólida de las aleaciones $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ en hornos convencionales (FA).

Las muestras B han sido sometidas a diferentes tratamientos térmicos, tanto en hornos de recocido convencionales (FA), como de recocido térmico rápido (RTA). Se ha variado la temperatura y los tiempos de recocido, con el objetivo de formar aleaciones de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ a partir de crecimiento epitaxial en fase sólida (SPE). La tabla 4.2 resume las condiciones de recocido. A continuación se presentan los resultados del análisis morfológico y estructural.

Muestra	T(°C)	subida temperatura	tiempo de recocido	Atmósfera N_2 ϕ_{N_2} (l/min)
FA 700	700	---	45 min	4
FA 750-1	750	---	45 min	4
FA 750	750	18 min	180 min	4
FA 850-1	850	10 min	30 min	4
FA 850-2	850	15 min	60 min	4
FA 850-3	850	15 min	120 min	4
FA 850	850	20 min	180 min	4
FA 950	950	20 min	180 min	4
RTA 750	750	30"	30"	4
RTA 850	850	30"	30"	4
RTA 950	950	30"	30"	4

Tabla 4.2: Condiciones de recocido de las muestras B tanto en hornos FA como RTA.

4.1.3. Análisis estructural de las capas por RX.

4.1.3.1. Barridos θ - 2θ .

La caracterización más básica que se ha realizado por RX son los barridos θ - 2θ . Después de cada proceso de recocido, se determinan los patrones de difracción θ - 2θ de

las muestras para comprobar principalmente que no se ha formado silicio policristalino, y que tampoco ha precipitado carburo de silicio.

La figura 4.3 muestra los patrones de difracción de las muestras B recocidas en hornos convencionales a diferentes temperaturas: $T=750^\circ\text{C}$, $T=850^\circ\text{C}$ y $T=950^\circ\text{C}$ y a tiempo fijo de 180 min. Las medidas se han hecho en las mismas condiciones, a 2.5 s/paso y un paso de $0.05^\circ(2\theta)$. La disminución del ruido de fondo, así como el aumento de la intensidad máxima asociada al pico (004) al aumentar la temperatura, son un indicio de la superior reordenación atómica a temperaturas elevadas.

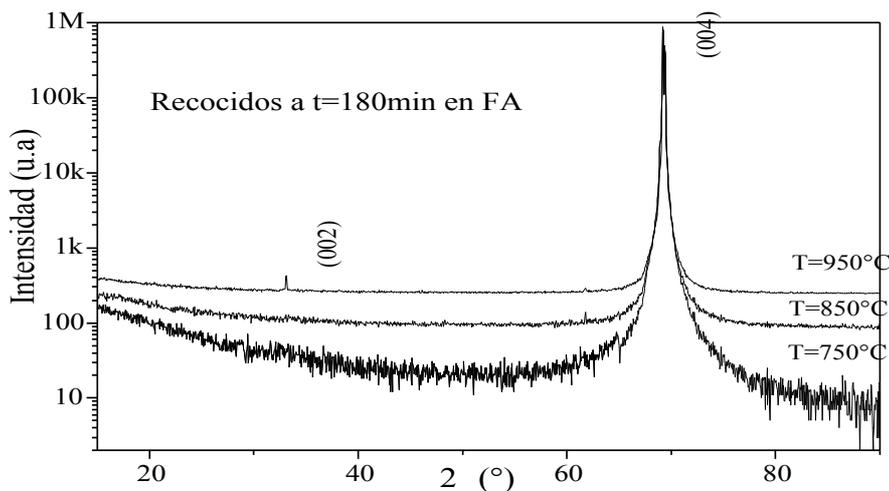


Figura 4.3. Diffractogramas de las muestras B recocidas a $T=750$, 850 y 950°C , durante $t=180$ min en hornos FA.

4.1.3.2. Curvas rocking.

Con el fin de evaluar la formación de las aleaciones $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$, el estado de estrés, y el contenido en carbón se han determinado curvas *rocking* utilizando el equipo MRD de cinco reflexiones. Se han medido reflexiones simétricas y asimétricas alrededor de la (004) y la (224) para determinar las componentes paralela y perpendicular del parámetro de red de estas aleaciones. En las medidas de la reflexión simétrica, se ha tomado la precaución de hacer medidas girando la muestra 180° , con el fin de comprobar que no existe inclinación entre los planos tipo $\{00l\}$ y la superficie de la muestra.

La figura 4.4, muestra las curvas rocking de las reflexiones (004) y (224) de la muestra *as implanted* y los recocidos realizados a temperaturas de 700 y 750°C en un tiempo de 45 min. En todas las curvas se observa que el pico más intenso y bien definido es el del silicio monocristalino.

A partir de la figura 4.4.a, se observa, además del pico del silicio, la presencia de un pico situado a la derecha (superior) que corresponde a la aleación cristalina $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$. El aspecto poco definido del pico de la capa refleja la menor incorporación de carbono substitucional a bajas temperaturas 450°C . Se constata también, la presencia de franjas de interferencia en el lado izquierdo de la curva.

Los recocidos realizados a temperaturas de 700 y 750°C durante un tiempo de recocido corto, se observa que las franjas de interferencia experimentan una ligera disminución de la intensidad, mientras el pico de la capa se ve bien definido (figura 4.4.b y 4.4.c). De aquí podemos deducir que a estas temperaturas hemos conseguido incorporar más carbono en sitios substitucionales.

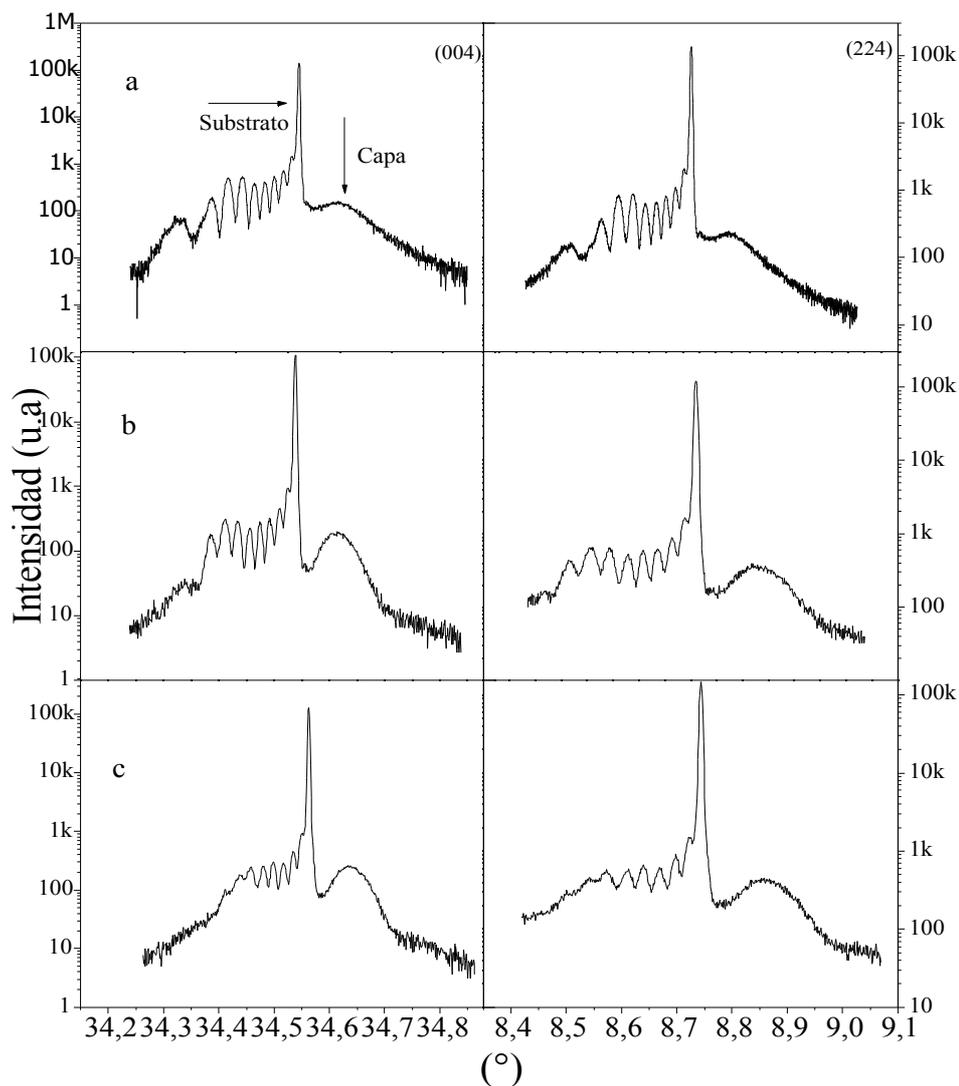


Figura 4.4 Curvas *rocking* de las reflexiones (004) y (224) medidas en el doble cristal. (a) Muestra *B as implanted*. Recocidos isócronos ($t=45$ min) a: (b) $T=700^\circ\text{C}$, (c) $T=750^\circ\text{C}$ en hornos de recocido convencionales.

La figura 4.5 muestra la evolución del material en función de la temperatura de recocido. Al someter la muestra a tratamiento térmico a $T=750^\circ\text{C}$ durante 3h, se observa una reducción de la intensidad de las franjas de interferencia en comparación con las observadas en la curva *rocking* de la muestra *as-implanted* (figura 4.5.b). A temperaturas de recocido de 850°C el pico de la capa empieza a ensancharse, y la separación angular entre el pico del sustrato y el de la capa es más pequeña (figura 4.5.c). La disminución de la separación angular entre ambos está asociada con la pérdida de carbono en sitios sustitucionales. El ensanchamiento notable del pico de la capa está relacionado con la presencia de una densidad de defectos grande en el material que resultan de las distorsiones en la red. Estas distorsiones generalmente se originan debido al encaje entre planos reticulares en la intercara capa – sustrato. A estas temperaturas, se nota la total desaparición de las franjas de interferencia. El uso de altas temperaturas de recocido, del orden de 950°C , permiten que todo el carbono precipite y por lo tanto relaja el estrés de tensión. Este hecho se ve reflejado en la curva *rocking* 4.4.d, donde se ve claramente que el pico de la capa aparece a ángulos menores que el pico del sustrato, indicando un estrés de compresión. En esta figura también, se observa una disminución considerable del *scattering* difuso a ambos lados del pico del silicio, lo que indica la desaparición de defectos estructurales vía una recuperación de la estructura cristalina perfecta del material. Estos resultados, han sido observados en otros trabajos, sobre el estudio de la estabilidad térmica de las aleaciones de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$. Powell et al. [6] mostraron que al someter las aleaciones a tratamientos térmicos a temperaturas entre 700 y 900°C , durante 1h, ocurre una relajación parcial del material (5%-10%), debido a la formación de dislocaciones. A temperaturas de recocido superiores, 1050°C , y durante un tiempo de 1h, todo el carbono precipita dando lugar a un estrés de compresión que tiene asociado un pico a valor de inferior respecto al pico del sustrato.

A continuación, se han determinado las curvas *rocking* de la reflexión (004) de las mismas muestras en condición de triple eje con el fin de mejorar la relación pico/fondo. En este caso, al trabajar con una resolución más alta, del orden de 12 segundos de arco, se llega a resaltar más las diferencias observadas anteriormente cuando variamos las temperaturas de recocidos. Los espectros en triple eje presentan la ventaja de reducir considerablemente la radiación debida al *scattering* difuso o incoherente, lo que simplifica el análisis de las curvas como veremos más adelante. La figura 4.6 representa las curvas *rocking* de la reflexión (004) medidas en triple eje a $T=750$, 850 y 950°C durante 180 min. El análisis cuantitativo presentado más adelante ha sido posible gracias a la precisión obtenida con las curvas representadas en la figura 4.6.

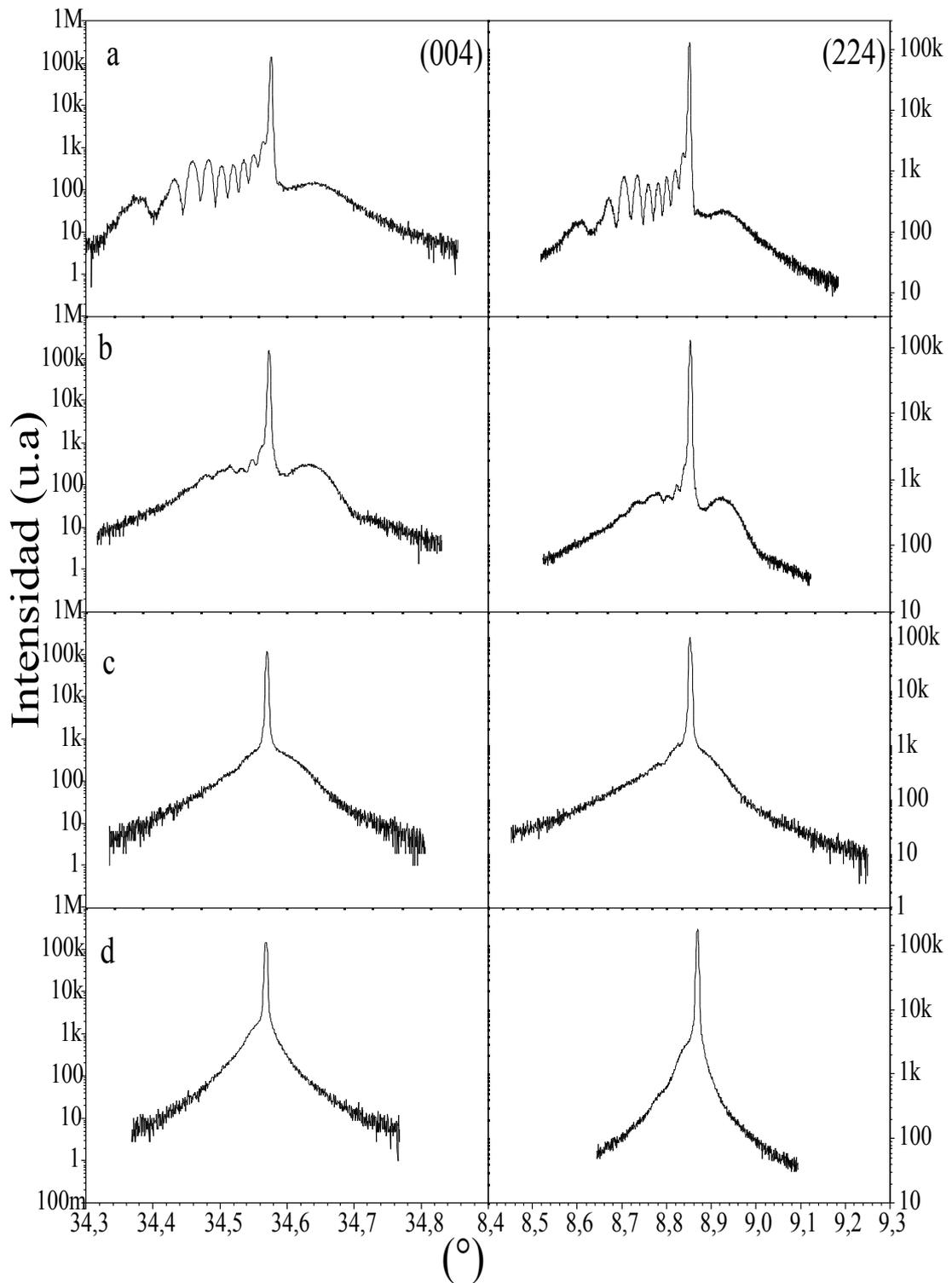


Figura 4.5 Curvas *rocking* de doble cristal alrededor de las reflexiones (004) y (224). (a) Muestra B *as-implanted*. Recocidos isocronos ($t=180\text{min}$) a: (b) $T=750^\circ\text{C}$; (c) $T=850^\circ\text{C}$; (d) $T=950^\circ\text{C}$ en hornos FA.

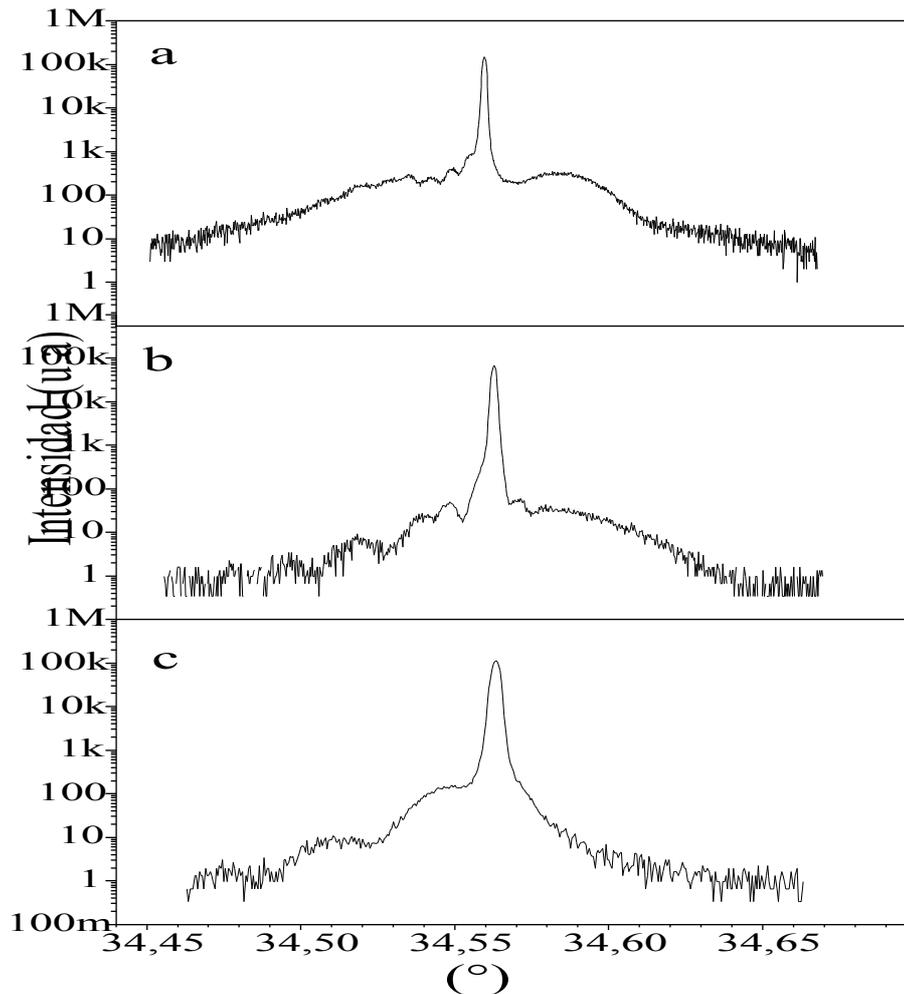


Figura 4.6 Curvas *rocking* de la reflexión (004) medidas en triple eje. (a) temperatura $T=750^\circ\text{C}$. (b) $T=850^\circ\text{C}$. (c) $T=950^\circ\text{C}$.

También se ha efectuado una serie de recocidos fijando la temperatura a $T = 850^\circ\text{C}$ y variando los tiempos de recocido para evaluar la relación existente entre el grado de relajación de las aleaciones y la pérdida de carbono sustitucional debido a la precipitación del carbono a altas temperaturas y largos tiempos de recocido. La figura 4.7 representa las medidas de curvas *rocking* de las reflexiones (004) y (224) de las muestras recocidas a temperatura $T= 850^\circ\text{C}$ y a tiempos de $t=30,60,120$ y 180 min.

A partir de la figura 4.7, se puede ver que a medida que aumenta el tiempo de recocido, la separación angular entre el pico satélite de la capa y el pico del sustrato disminuye, indicando que la diferencia en los espaciados interplanares entre la aleación formada y el sustrato decrece, lo que significa que existe una tendencia de pérdida de átomos de carbono en sitios sustitucionales. También se hace notable el ensanchamiento del pico

de la capa, probablemente relacionado con la formación de defectos durante los recocidos.

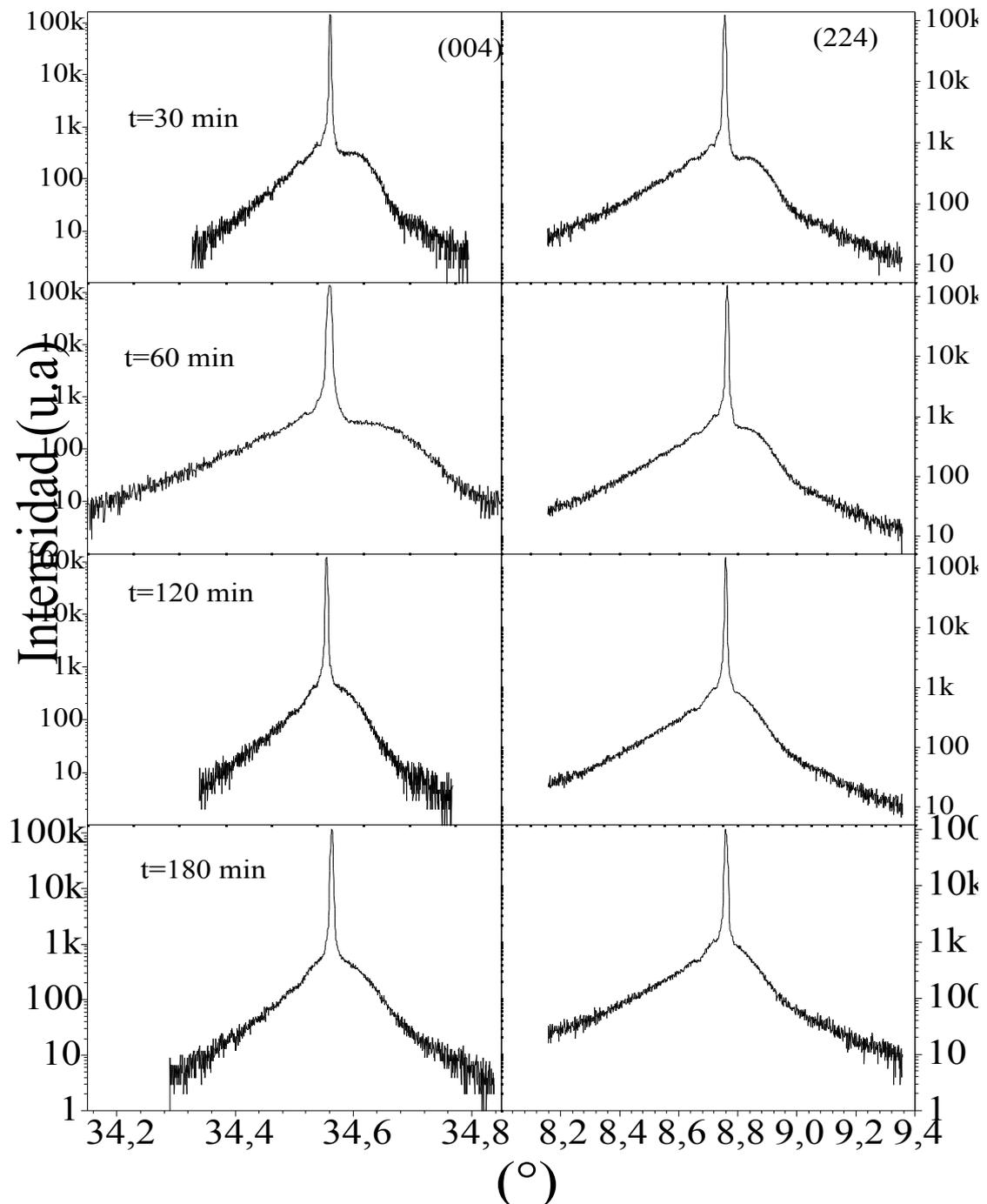


Figura 4.7 Curvas *rocking* de doble cristal de las reflexiones (004) y (224) obtenidas después de sucesivos tratamientos térmicos a $T=850^\circ\text{C}$ en hornos FA.

De la misma manera, se han medido curvas *rocking* en triple eje de la reflexión (004) de la serie de variación de tiempos de recocidos a temperatura fija. Éstas están representadas en la figura 4.8. Entre 30 y 60 min, la pérdida de carbono en sitios sustitucionales es reducida dado el corto periodo de recocido. Para tiempos superiores,

la mayor parte de carbono está atrapado en sitios intersticiales causando defectos en el material y por consiguiente un ensanchamiento notable y una disminución de la intensidad del pico. Este punto se analizará en detalle en la parte de discusión de resultados.

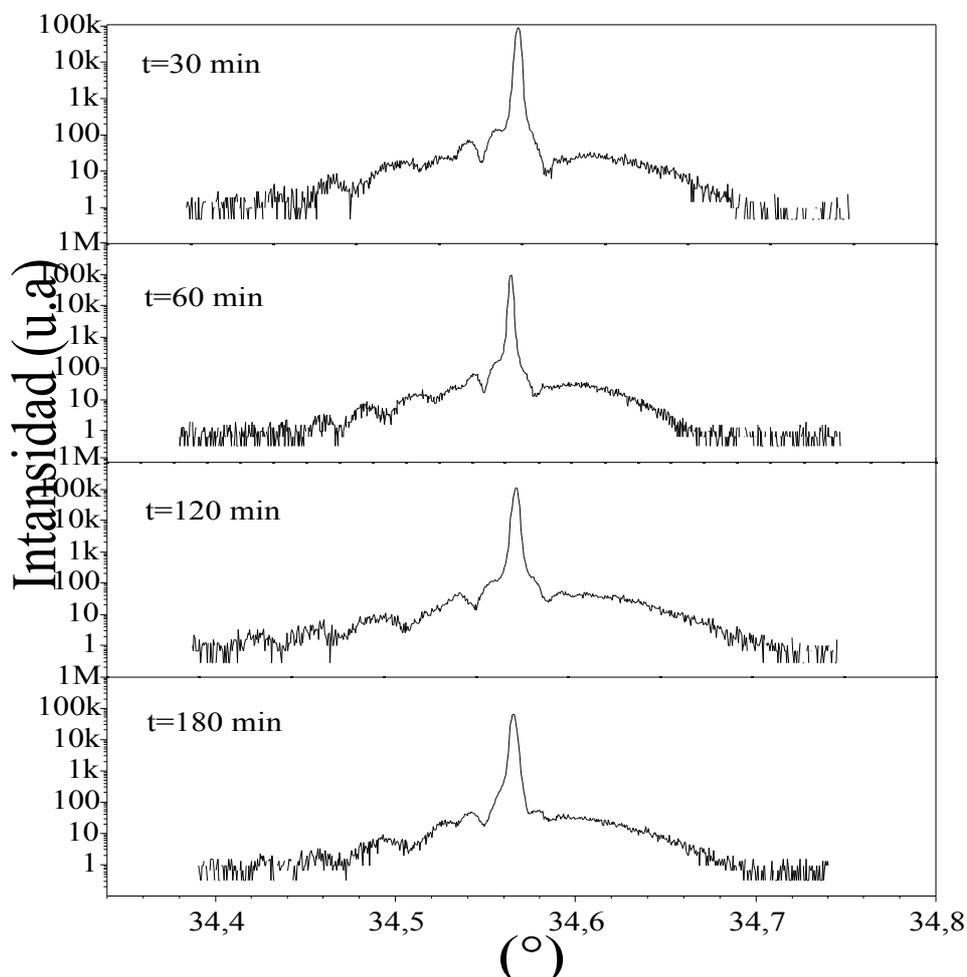


Figura 4.8: curvas *rocking* de la reflexión (004) medidas en triple eje que corresponden a sucesivos recocidos a $T=850^{\circ}\text{C}$.

4.1.3.3. Parámetros de red

La determinación de los parámetros de red se ha hecho utilizando el programa "*lattice mismatch*" del servicio de DRX de SCT. A partir de la utilidad de determinación de picos (*Pattern treatment*) incluida en el software *PCMRD* 1.0 (Philips,1993), se ha hecho la determinación exacta de la posición de los picos y de allí se han medido las separaciones angulares (d) entre pico del sustrato y capa. El programa utilizado es un programa que funciona en modo MS-Dos, que facilita el manejo de las ecuaciones del parámetro de red, desajuste perpendicular y paralelo, y el grado de relajación que definimos en la sección 2.5.2.4, del capítulo 2.

Basándonos en los valores obtenidos de d y los valores teóricos de θ_{004}^{Sub} , ω_{224}^{Sub} y ω_{-2-24}^{Sub} se han podido determinar los correspondientes a la capa.

Los valores teóricos utilizados en este caso son:

- $\theta_{004}^{Sub} = 34.5643^\circ$
- $\omega_{224}^{Sub} = 8.7497^\circ$
- $\omega_{-2-24}^{Sub} = 79.2785^\circ$

Experimentalmente, sólo se han hecho medidas a bajo ángulo de incidencia y a partir de estas medidas se han podido deducir los valores de ω_{224} de la capa para todas las muestras. Los valores del alto ángulo de incidencia ω_{-2-24} , se han determinado a partir de la ecuación:

$$\sin\omega_{-2-24} + \sin\omega_{224} = 2\sin\theta_{004} \quad [4-1]$$

teniendo en cuenta las reflexiones (004) y (224).

En la tabla 4.3 se resumen los resultados obtenidos al someter las muestras a diferentes tratamientos térmicos en hornos convencionales (FA), variando la temperatura y los tiempos de recocido. En ésta se incluyen también los valores de carbono sustitucional en las capas, obtenidos utilizando la fórmula de Kelires [7], que describe mejor el comportamiento no – ideal de las aleaciones de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$.

$$a_L(y) = 0.5705y^2 - 2.439y + a_{Si} \quad [4-2]$$

Según se desprende de este análisis, la muestra B *as implanted* tiene una fase cristalina de composición $\text{Si}_{0.998}\text{C}_{0.0020}$ ($y = 0.0020$) que ha crecido guardando una relación epitaxial con el sustrato y con un parámetro de red $a_L = 5.4259\text{Å}$, menor que el del Si en volumen ($a_{Si} = 5.4310\text{Å}$). A una temperatura de recocido de 700°C , se observa que el crecimiento de esta fase conlleva un aumento en la incorporación del carbón en sitios sustitucionales ($y = 0.0030$) que se ve ligeramente afectada al aumentar la temperatura a 750°C . En los recocidos realizados a una temperatura de 850°C , se observa una relajación del material y una pérdida de carbono en sitios sustitucionales a medida que aumenta el tiempo de recocido (tabla 4.3). La disminución es más notable ($y = 0.00123$) a $t = 180$ min. A temperaturas elevadas ($T = 950^\circ\text{C}$) precipita todo el carbono y la capa formada está bajo un estrés de compresión con un parámetro de red mayor que el del Si ($a = 5.4322\text{Å}$).

Muestras	tiempo recocido	(hkl)	$\gamma_{\text{Sub}} (^{\circ})$	$\gamma_{\text{Capa}} (^{\circ})$	$a_{//} (\text{Å})$	$a (\text{Å})$	$a_{\perp} (\text{Å})$	R (%)	y (%)
B- as implanted	_____	(0 0 4)	34.5643	34.6447	5.4254	5.4204	5.4223	31	0.20
		(2 2 4)	8.7497	8.8709					
		(-2-2 4)	79.2785	79.3464					
FA 700	45 min	(0 0 4)	34.5643	34.6409	5.4283	5.4205	5.4239	---	0.30
		(2 2 4)	8.7497	8.8693					
		(-2-2 4)	79.2785	79.3212					
FA 750-1	45 min	(0 0 4)	34.5643	34.6387	5.4282	5.4208	5.4241	--	0.289
		(2 2 4)	8.7497	8.8657					
		(-2-2 4)	79.2785	79.3208					
FA 750	180 min	(0 0 4)	34.5643	34.6326	5.4274	5.4217	5.4242	_____	0.278
		(2 2 4)	8.7497	8.8539					
		(-2-2 4)	79.2785	79.3259					
FA 850-1	30 min	(0 0 4)	34.5643	34.6282	5.4240	5.4223	5.4230	_____	----
		(2 2 4)	8.7497	8.8420					
		(-2-2-4)	79.2785	79.3540					
FA 850-2	60 min	(0 0 4)	34.5643	34.6190	5.4258	5.4235	5.4245	_____	0.271
		(2 2 4)	8.7497	8.8300					
		(-2-2-4)	79.2785	79.3360					
FA 850-3	120 min	(0 0 4)	34.5643	34.5943	5.4284	5.4269	5.4250	_____	0.166
		(2 2 4)	8.7497	79.3082					
		(-2-2-4)	79.2785	8.7941					
FA 850	180 min	(0 0 4)	34.5643	34.5876	5.4288	5.4278	5.4282	80	0.123
		(2 2 4)	8.7497	8.7838					
		(-2-2-4)	79.2785	79.3036					
FA 950	180 min	(0 0 4)	34.5643	34.5504	5.4312	5.4330	5.4322	_____	_____
		(2 2 4)	8.7497	8.7275					
		(-2-2-4)	79.2785	79.2737					

Tabla 4.3: Resumen de los valores determinados del parámetro de red, donde se incluyen los valores del grado de relajación y del carbono sustitucional de las capas.

Tal como podemos ver en la tabla 4.3, la incorporación del carbono sustitucional en las capas ha sido relativamente baja, en comparación con otros trabajos realizados en condiciones similares [1]. Las estimaciones del grado de relajación dan unos valores muy elevados, del orden de 30% en la muestra *as implanted* y 80% en la muestra recocida en FA durante 180 min. Estos valores están sobrevalorados pero, las tendencias son correctas como analizaremos posteriormente. La razón de la sobrevaloración proviene de la determinación de las posiciones angulares de los picos, que se complica debido a que el pico de la capa y el pico del sustrato son muy cercanos. La distorsión sobre este parámetro, introduce a su vez incertidumbre en las determinaciones de la componente paralela del parámetro de red a_{\parallel} y el parámetro de red de la capa. Los errores introducidos en la evaluación de estos parámetros afectan los cálculos del grado de relajación de las capas. En nuestro caso, la determinación del grado de relajación se ha realizado mediante el método de “*lattice mismatch*” lo que conduce a unos resultados poco convincentes. Por ello, hemos optado por evaluar el grado de relajación de las capas utilizando mapas del espacio recíproco (apartado 4.1.5). Procedimiento mucho más costoso desde el punto de vista experimental, pero que proporciona valores significativamente más precisos.

4.1.4. Crecimiento epitaxial en fase sólida de las aleaciones $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ en hornos de recocido rápido (RTA).

4.1.4.1. Barridos θ - 2θ .

La difracción de rayos X mediante los barridos θ - 2θ , ha permitido comprobar el grado de cristalinidad de las capas obtenidas al realizar la serie de tratamientos térmicos de la muestra B en hornos de recocido rápido.

La figura 4.9 muestra los patrones de difracción θ - 2θ de las muestras después de recocidos realizados a temperaturas de 750, 850 y 950 °C en un tiempo $t=30$ s.

Las medidas se han hecho en las mismas condiciones, a 2.5 s/paso y un paso de 0.05° (2θ). Estas medidas, nos informan sobre los planos que están orientados paralelamente a la superficie y de la posible formación de estructuras policristalinas. También, nos permiten saber si bajo las condiciones de implantación anteriormente mencionados y de temperatura hemos podido formar carburo de silicio.

A partir de la figura 4.9, se ve claramente la difracción de los planos $\{004\}$, lo que indica que las aleaciones cristalinas de $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ formadas podrían guardar una relación epitaxial con el sustrato.

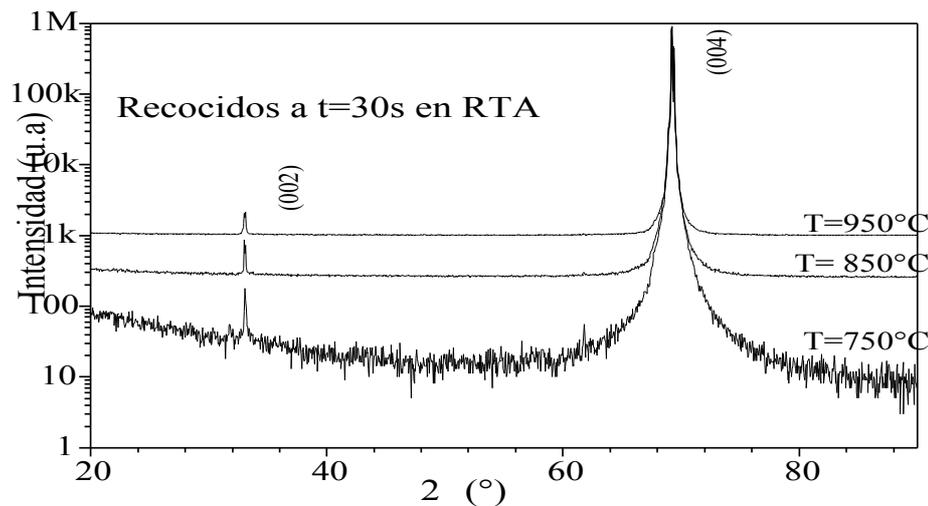


Figura 4.9: Patrones de difracción de muestras, después de un recocido isocrono a ($t=30\text{s}$) a diferentes temperaturas.

4.1.4.2. Curvas *rocking*.

Las medidas obtenidas a partir de los barridos -2 no aportan más información sobre la formación de las aleaciones $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$. Para obtener más detalle hemos realizado medidas de curvas *rocking*. La figura 4.9 representa las curvas *rocking* medidas en doble cristal alrededor de las reflexiones (004) y (224), de las muestras recocidas en RTA, a $T=750$, $T=850$ y $T=950^\circ\text{C}$ durante un tiempo de 30s.

A partir de la figura 4.10, se puede decir que la forma de la curva se conserva al pasar de 750 a 850°C , tanto para las reflexiones simétricas como las asimétricas. El cambio más notable debido a la subida de temperatura de recocido es la disminución de la separación angular entre el pico satélite de la capa y el pico del sustrato. Esta disminución proviene de la pérdida de carbono en sitios sustitucionales. También es importante notar que a bajas temperaturas de recocido (750°C), las curvas *rocking* muestran franjas de interferencia bastante intensas y bien definidas. Como ya hemos explicado anteriormente, este hecho está relacionado con la presencia de silicio intersticial en exceso en el material y la formación de los EOR. El exceso de intersticiales hace que el material se comporte como multicapas de Si tensionadas, y la interferencia de los rayos X con estas capas da lugar a las franjas que observamos en las curvas. Sobre este aspecto se realiza una caracterización cuantitativa en el capítulo 5.

Cuando aumentamos la temperatura de recocido estas franjas disminuyen de intensidad porque al subir la temperatura favorecemos, la reordenación de los átomos dentro de la red. A temperaturas más elevadas (950°C), es aún más notable la disminución de la

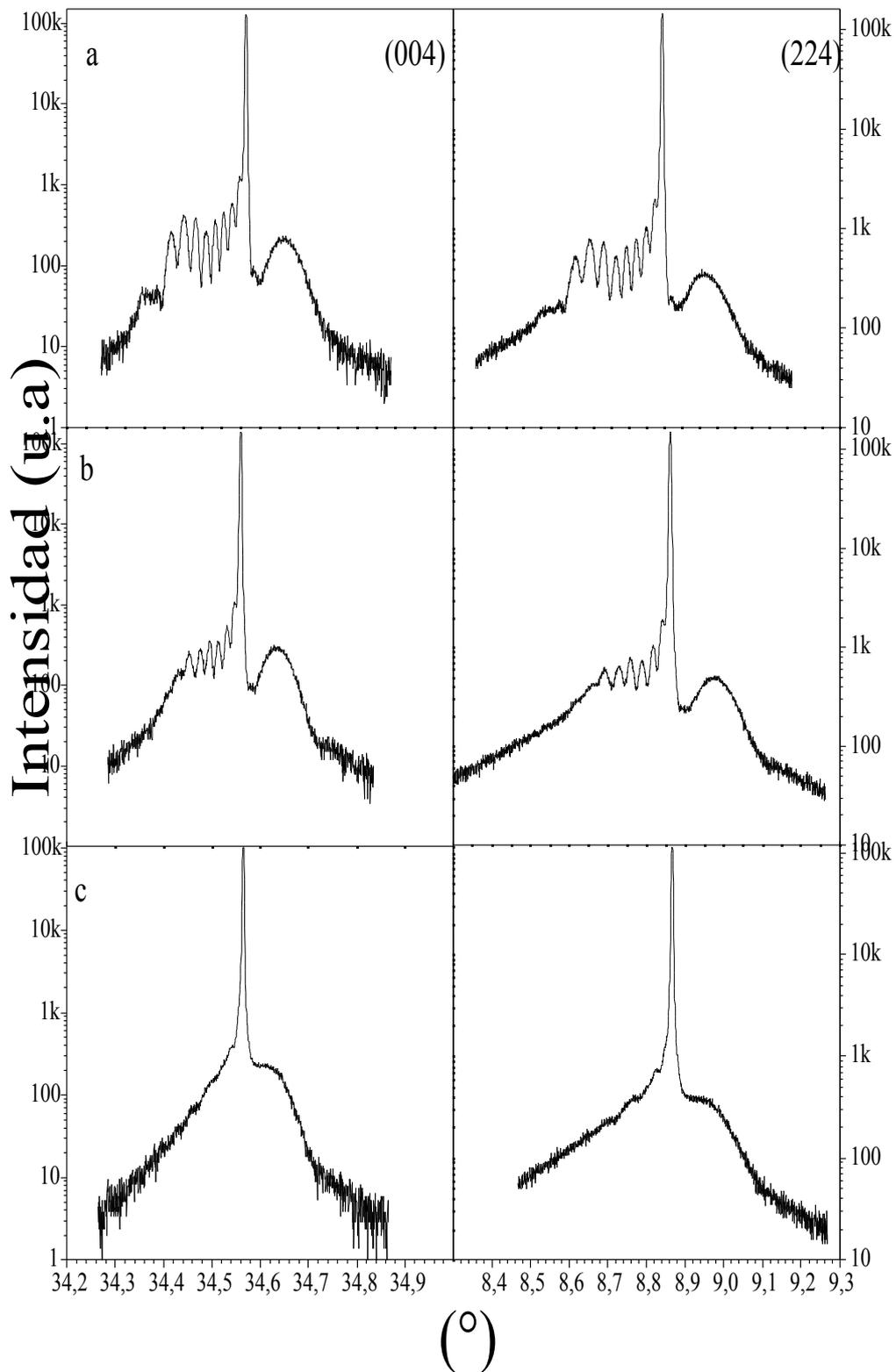


Figura 4.10 Curvas *rocking* de doble cristal de muestras recocidas mediante RTA a $t=30s$ (a) $T=750$. (b) $T=850^{\circ}\text{C}$. (c) $T=950^{\circ}\text{C}$

separación angular entre el pico del sustrato y el de la capa. Tienden a solaparse, y las franjas de interferencia desaparecen por completo. Los recocidos a alta temperatura pueden producir modificaciones tanto sobre la concentración de carbón como sobre el espesor de la capa, así como sobre las zonas de intersticiales sometidas a esfuerzos de compresión. Las simulaciones de las curvas *rocking* aclararan detalles sobre la distribución de los esfuerzos y la cristalinidad de las capas como veremos más adelante (capítulo 5).

La figura 4.11, muestra las curvas *rocking* de la reflexión (004) medidas en triple eje de las muestras recocidas a $T=750, 850$ y 950°C . De nuevo podemos ver que a temperaturas relativamente bajas (del orden de 750°C), obtenemos una mayor incorporación de C en sitios sustitucionales que se ve afectada al aumentar la temperatura de recocido.

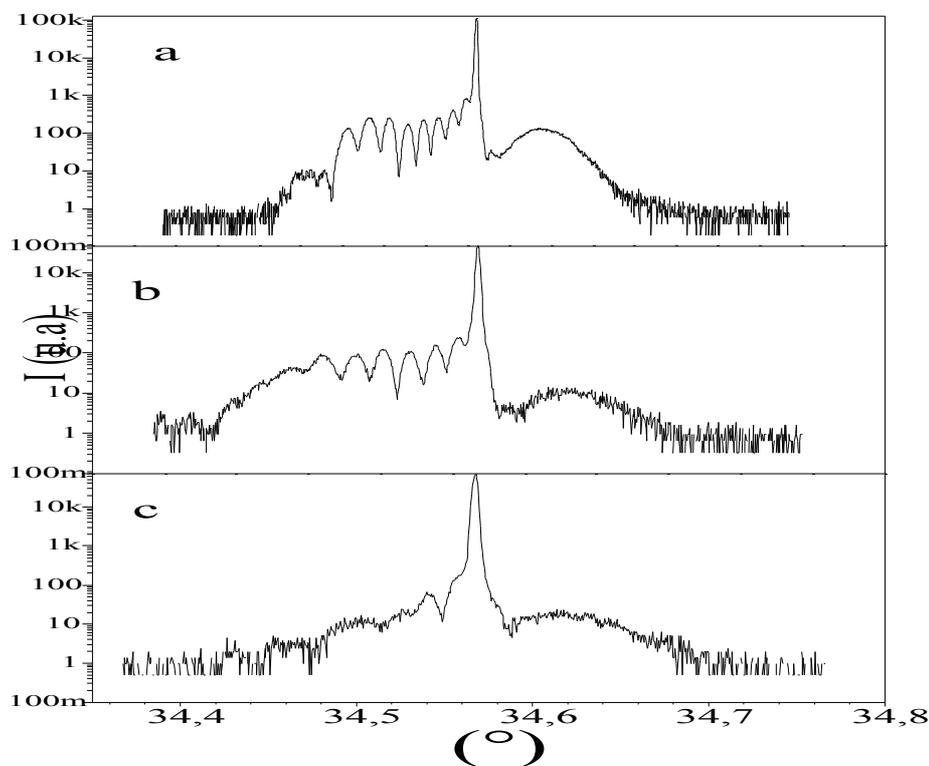


Figura 4.11: curvas *rocking* de la reflexión (004) medidas en triple eje. (a) Recocida a $T= 750^\circ\text{C}$ en RTA. (b) $T= 850^\circ\text{C}$. (c) $T= 950^\circ\text{C}$.

4.1.4.3. Determinación del parámetro de red.

De igual manera que en el apartado anterior, se ha determinado el parámetro de red de las aleaciones $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$ mediante las curvas *rocking* de reflexiones simétricas y