

00323
47



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

DESARROLLO DE UNA FUENTE DE SPUTTERING PARA
CRECIMIENTO DE PELICULAS DELGADAS DE ESPESOR
LINEALMENTE VARIABLE

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
F I S I C O
P R E S E N T A :
FEDERICO NAJERA FEBLES



DIRECTOR DE TESIS:
FIS. HECTOR DE JESUS CRUZ MANJARREZ FLORES ALONSO



2003

FACULTAD DE CIENCIAS
SECCION ESCOLAR

A



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

PAGINACIÓN

DISCONTINUA



UNIVERSIDAD NACIONAL
DE CHILE

DRA. MARÍA DE LOURDES ESTEVA PERALTA
Jefa de la División de Estudios Profesionales de la
Facultad de Ciencias
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo escrito:
"Desarrollo de una fuente de Sputtering para crecimiento de películas delgadas de
espesor linealmente variable"

realizado por Najera Febles Federico

con número de cuenta 9024402-1 , quién cubrió los créditos de la carrera de Física.

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis
Propietario

Fis. Héctor de Jesús Cruz-Manjarrez Flores-Alonso

Propietario

M. en C. Fernando Angeles Uribe

Propietario

Fis. Angel Arturo Nogueira Jiménez

Suplente

Dr. José Manuel Saniger Blesa

Suplente

Fis. Rene Ortega Alvarado

Consejo Departamental de Física

DRA. PATRICIA GOLDSTEIN MENACHE
Coordinadora de Licenciatura

Agradecimientos

A mis padres Ma. Selmira Febles y Federico Nájera quienes siempre han estado a mi lado y les debo gran parte de mi formación.

A mis hermanos Marco Antonio, Juan Carlos, Ilse Mónica quienes me guiaron en el camino de la educación, brindando sus valiosos consejos, han sido y son un valioso soporte en mi vida, a ustedes les debo mucho más de lo que con palabras podría describir, Gracias.

A Lolis y Victor, por todas sus atenciones, por el cariño que me han brindado y el apoyo incondicional que siento de su parte.

A mis maestros Fernando Ángeles, Arturo Nogueira, Maria de los Ángeles Ortiz, Ángel Prieto, Miguel Ángel Herrera, Julieta Fierro, Darío Moreno y Beatriz Fuentes, por mencionar sólo algunos, quienes me enseñaron la física de una manera fantástica y fomentaron mi cariño por esta aventura científica llamada *Física experimental*.

Le agradezco de una manera muy especial a un gran amigo Héctor Cruz quien fomento en mí el deseo de saber, de conocer lo novedoso y de afrontar los nuevos retos. También he de agradecerle su apoyo, entusiasmo y las constantes charlas durante la elaboración de este trabajo.

A mis compadres Luis, Julio y David les agradezco su amistad, las charlas tan agradables y el compartir conmigo su pasión por la vida.

A una mujer que ha estado a mi lado y me ha brindado su cariño y amor, escuchando con paciencia las mil locuras que rondan mi cabeza Eugenia Zárate, te agradezco el apoyo y el tiempo maravilloso que hemos pasado juntos.

A mis amigos del trabajo Adina, Lupita, Alejandra, Jimena, Jorge, Anhelies y Claudia, por compartir su gusto por la vida y el entusiasmo que le inyectan a todos los proyectos que realizan.

Agradezco a todas las personas que de alguna manera u otra forman parte de mi vida y han hecho posible alcanzar esta meta, citar sus nombres sería tan extensa que supera el trabajo en sí, espero lo comprendan, así, que los mencionaré por grupos:

A mis amigos del Instituto de Física y en especial al Dr. Fernando Alba y al Físico Luis Flores.

A los amigos de la Unidad que fueron mis compañeros de mil y un aventuras.

A mis amigos del museo amigos por tantos momentos juntos y en especial a los Becarios de las salas Universo y Tecnología satelital.

A mis amigos de la facultad por las excelentes discusiones académicas, por su apoyo y su amistad.

A todos ustedes un millón de gracias...

D

Contenido

Introducción.....	1
Capítulo 1	
Sputtering.....	3
1.1 El fenómeno de sputtering.....	5
1.2 El sputtering como método físico de crecimiento de películas delgadas y recubrimientos.....	7
1.2.1 El blanco.....	8
1.2.2 El sustrato.....	8
1.3 La descarga gaseosa.....	9
1.4 El plasma.....	9
1.4.1 Ionización.....	9
1.4.2 Excitación electrónica.....	10
1.4.3 Recombinación.....	11
1.5 Sistema convencional de sputtering DC.....	12
1.6 Fuentes de sputtering tipo magnetrón.....	13
1.7 Ventajas de la fuente de sputtering.....	20
1.8 Eficiencia de sputtering.....	21
Capítulo 2	
Películas Delgadas.....	25
2.1 Aplicaciones generales.....	25
2.2 Proceso de crecimiento.....	26
Capítulo 3	
Desarrollo experimental.....	36
3.1 Descripción del equipo.....	36
3.2 Metodología.....	39

3.2.1 Descripción de la fuente original.....	40
3.2.2 Proceso de crecimiento.....	41
3.1.3 Modificaciones a la FSTM original.....	43

Capítulo 4

Evaluación y análisis de resultados.....	45
4.1 La radiación electromagnética.....	45
4.1.2 Intervalo infrarrojo.....	46
4.1.3 Luz visible.....	47
4.1.4 Ultravioleta.....	47
4.2 Fenómenos que ocurren al interactuar radiación con materia.....	48
4.2.1 Absorción de radiación.....	48
4.2.2 Transmitancia.....	49
4.2.3 Absorbancia.....	50
4.3 Medición de la absorbancia o densidad óptica.....	52
4.4 Medida del campo magnético.....	60
4.4.2 Fuente original.....	61
4.4.3 Fuente de campo inclinado.....	62
Conclusiones.....	64
Literatura citada.....	66

Introducción

La Física de películas delgadas ha tenido un enorme avance en los últimos años, siendo cada vez más común en la vida cotidiana sus aplicaciones tanto científicas como tecnológicas, esto a contribuido ha desarrollar y enriquecer la ciencia de materiales, donde estos adquieren nuevas propiedades al ser recubiertos por una fina película. Al adentrarme en este fascinante mundo de las películas delgadas, me emocionó en gran medida el amplio mar de aplicaciones, los fenómenos involucrados, así como, la idea de preparar películas con ciertas propiedades específicas que son el objetivo de este trabajo, cabe mencionar que estas películas ya se encuentran en el mercado pero no son preparadas en nuestro país.

En el presente trabajo se busca desarrollar una fuente de sputtering plana y una metodología para producir películas delgadas de aluminio sobre sustratos de pvc flexible, con la condición de espesor linealmente variable en una longitud de 8cm. La evaluación de la fuente de sputtering se realizó en función de la distribución del material depositado en la región linealmente creciente del espesor. Como parámetro de evaluación se propone la densidad óptica.

En el Capítulo 1, se presentan los métodos de crecimiento de películas delgadas, dando especial atención al método de sputtering, ya que es el método que se uso para el crecimiento de las películas.

Las etapas durante la formación de las películas delgadas se describen en el Capítulo 2, a su vez se propone un modelo fundamentado en los cambios de la eficiencia de sputtering para obtener la distribución de material desecada.

En el Capítulo 3, se hace referencia a la metodología de crecimiento, fijando los parámetros de depósito y proponiendo algunas modificaciones al arreglo magnético de la fuente de sputtering tipo magnetrón.

Por último, en el Capítulo 4, se describe la evaluación de las películas crecidas con este método y una evaluación de la fuente de sputtering "vista" por el sistema de crecimiento, de lo cual se desprenden las conclusiones.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

Capítulo I

Sputtering

Los métodos de crecimiento de películas delgadas se dividen en dos grandes grupos: los que involucran fenómenos químicos CVD (“*Chemical Vapor Deposition*”) y PVD (“*Physical Vapor Deposition*”); en ambos grupos se tiene una gran variedad de métodos para crecer películas y recubrimientos[1].

Las técnicas CVD consisten en crecer películas y recubrimientos a partir de una reacción química entre gases de diferente naturaleza y que se conocen como precursores, la expresión del depósito químico de vapores es la siguiente:



donde:

A(g); representa al material en fase de vapor

B(g); representa al material en fase de vapor

C(s); representa al material en estado sólido

La expresión representa la síntesis del depósito de un sólido en un sustrato, por medio de una reacción química entre A(g) y B(g).

Por otro lado, la segunda categoría son los métodos PVD, que se dividen a su vez en dos grandes grupos, la evaporación térmica y el sputtering; la diferencia entre ellos es el método para generar el vapor del material sólido que se desea depositar.

a) El primer método en la categoría de evaporación térmica es el denominado Evaporación Térmica en Vacío, que consiste en aumentar la temperatura del sólido hasta alcanzar el punto de evaporación y generar el vapor del material en forma estacionaria; en este método, una cintilla del material de interés se enrolla en un filamento con una resistencia eléctrica R y se aplica una diferencia de potencial que genera una corriente eléctrica (efecto Joule), el material a depositar está en contacto con la zona caliente y se genera el vapor cuando se alcanza el punto de fusión.

b) Otro de los métodos comunes es la evaporación por cañón de electrones, que consiste en generar vapor por medio de un haz de electrones de alta energía; para el proceso se coloca polvo o granos del material por evaporar en un crisol, anexo al arreglo, un filamento produce electrones térmicos que se aceleran por medio de un voltaje a través de unas rejillas; el haz se colima y se hace incidir sobre el material en el interior del crisol. El impacto electrónico genera un calentamiento puntual, en donde se produce un pequeño pozo de material fundido que es la fuente de vapor.

c) Dos métodos mas sofisticados son la ablación láser y el método de crecimiento en ultra alto vacío conocido como MBE (*Molecular Beam Epitaxy*); en el primero, la fuente de energía para provocar la fusión del blanco sólido es un láser pulsado que se instala por fuera de la cámara de crecimiento y se hace incidir en el blanco a través de una ventana de cuarzo o zafiro, de acuerdo a la longitud de onda del láser. En el proceso MBE se genera un haz molecular por medio de una celda de Knudsen, la condición de ultra alto vacío permite dirigir el haz en una dirección específica sin que sufra colisiones en su trayectoria hasta el sustrato.

Este último proceso permite crecer capas monomoleculares, por lo que su aplicación directa es en la investigación de películas delgadas e interfaces; a nivel industrial, para la fabricación de dispositivos electrónicos.

El otro método físico es el sputtering, este proceso se describe con mayor profundidad debido a que es objeto directo de este trabajo.

1.1 El fenómeno de sputtering.

El sputtering es uno de los fenómenos físicos que se presenta cuando una superficie sólida se bombardea con partículas energéticas provocando la eyección de átomos del blanco.

Cuando un sólido se bombardea con iones de alta energía, se tienen los fenómenos que se presentan en la Figura 1.1 y el más probable depende entre otras cosas de la energía cinética de la partícula incidente o proyectil.[2]

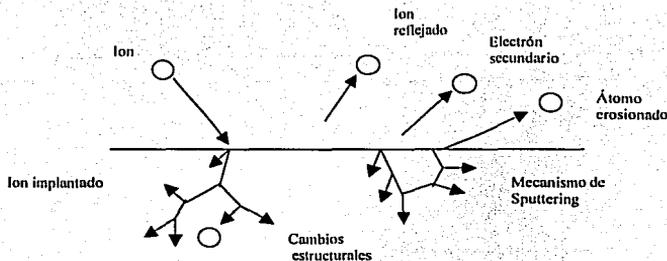


Figura 1.1
Fenómenos en la superficie

El ion incidente tiene una energía $E = 1/2mv^2$; la masa del ion puede ser mayor o menor que la masa de los átomos del sólido, sin embargo:

- Si la energía cinética del ion incidente es baja la interacción está confinada a la superficie del material blanco y el ion se puede reflejar o neutralizar.
- El impacto del ion puede causar la emisión de un electrón del blanco (electrón secundario).
- El ion puede implantarse en el blanco; este fenómeno se usa en la tecnología de circuitos integrados.
- El impacto del ion puede ser el responsable de algunos re-arreglos estructurales en el blanco.
- El impacto del ion produce un conjunto de colisiones con los átomos del blanco, provocando la salida de uno de estos átomos del blanco dando lugar al fenómeno de sputtering. Este fenómeno se define como la eyección de partículas de un blanco de materia condensada por medio de partículas incidentes que sirven como proyectil.

En el proceso físico de sputtering, el requisito principal es una adecuada fuente de iones que sean acelerados hacia el blanco para producir fenómeno de sputtering, este proceso involucra un ion incidente que transfiere su energía a un arreglo atómico del blanco.

Debido a que es un proceso de intercambio de momento, debe tratarse como una serie de colisiones binarias elásticas donde la energía cinética se conserva o bien colisiones inelásticas si la energía interna de las partículas que chocan cambia.

La fracción máxima de energía que se puede transmitir en una colisión elástica viene dada por la función de transferencia:

$$F = \frac{4m_1m_2}{(m_1 + m_2)^2} \quad (1)$$

donde m_1 y m_2 es la masa del proyectil y del blanco respectivamente. El fenómeno físico de sputtering es el resultado de una serie de colisiones elásticas; para el caso de una colisión inelástica, la función de transferencia de energía es más complicada, ya que parte de la energía cinética se convierte en energía interna que gana la partícula impactada.

1.2 El sputtering como método físico de crecimiento de películas delgadas y recubrimientos

El método de crecimiento por sputtering consiste en aprovechar las partículas eyectadas y condensarlas sobre una superficie sólida o sustrato para crecer una estructura sólida con un espesor muy delgado; esta capa es capaz de modificar sustancialmente las propiedades iniciales del sustrato o bien, como película tiene propiedades semejantes o diferentes a las del material blanco.

Este método, es desde hace varias décadas alterno al de evaporación térmica al vacío tanto a nivel industrial como de investigación; ya que es el único que cuenta con la ventaja de que permite preparar películas y recubrimientos de materiales tan distintos como polímeros y aleaciones.

Los requerimientos necesarios para realizar el depósito por el método de sputtering se muestran en la Figura 1.2 y posteriormente se describen:

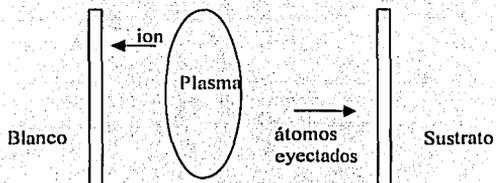


Figura 1.2
Requerimientos de sputtering

1.2.1 El blanco

El blanco o material base para el método de sputtering es un sólido, que puede ser casi cualquier material, la única restricción es que no sea ferro magnético, cuando se usa una fuente de Sputtering tipo magnetrón. La forma y dimensiones del blanco dependen de la configuración del sistema de crecimiento, las dimensiones y forma del sustrato y especialmente la aplicación; el blanco puede tener diferentes geometrías, las más usuales son circulares o rectangulares, sin embargo, en algunos casos puede ser cilíndrico o de forma irregular.

1.2.2 El sustrato

Para el método de sputtering se emplean cualquier tipo de material como sustrato, incluyendo vidrio, polímeros y metales. Este hecho resulta muy conveniente para muchas aplicaciones ya que la temperatura se mantiene baja en la mayoría de los casos en virtud de que el vapor se genera por choques y no por efectos térmicos.

1.3 La descarga gaseosa

Con objeto de disponer de proyectiles para bombardear el blanco, los sistemas de crecimiento por el método de sputtering se diseñan y construyen con la geometría apropiada para que se genere una descarga gaseosa de un gas “fácilmente ionizable” al que se denomina gas de trabajo. Por otro lado, la ventaja principal del método radica en su capacidad para generar vapor de aleaciones, elementos polímeros o cerámicos y es útil para depositar materiales que no se evaporan con facilidad.

En la práctica, existen variantes en los dispositivos para generar de manera eficiente la evaporación del sólido; en la configuración básica se utiliza una descarga de corriente directa (cd), cuando los blancos son conductores (cátodo); sin embargo, para materiales no conductores o aislantes se han desarrollado las fuentes de sputtering tipo magnetrón (ver sección 1.6) en donde la descarga gaseosa se genera al aplicar un potencial alterno de radio frecuencia (13.56MHz).

1.4 El plasma

El ambiente gaseoso de una nube de descarga contiene electrones, iones, átomos neutros, moléculas y fotones. En principio se debería considerar todas las colisiones por pares posibles, pero dentro del alcance de este trabajo, sólo se consideran las colisiones más sobresalientes, como aquellas que involucran electrones [3].

1.4.1 Ionización

Existen varios mecanismos para generar un ión, sin embargo, el más común obedece a la reacción



en donde un electrón tiene una colisión elástica con un átomo neutro A, conservando su energía cinética; la ionización por impacto de un electrón primario tiene como resultado la excitación y eyección de otro electrón del átomo, produciéndose un ion positivo y dos electrones libres.

Los electrones resultantes son acelerados por un campo eléctrico externo y en su trayectoria de escape pueden tener más colisiones y por consecuencia producir más iones.

Este proceso en cascada, mantiene la nube de descarga o plasma; la energía mínima para que ocurra el proceso de ionización se denomina "potencial de ionización" y es equivalente a la energía necesaria para separar en definitiva a un electrón del átomo.

La ionización se produce por otros mecanismos como activación por fotones o calentamiento extremo del gas neutro, sin embargo, en los sistemas de sputtering convencionales, el impacto electrónico es el proceso más relevante.

1.4.2 Excitación electrónica

Cuando se produce una colisión electrón-átomo, una fracción de la energía cinética del primero, se transfiere a uno de los electrones del átomo y lo lleva a un nivel de mayor energía, el proceso se conoce como excitación electrónica y para poder alcanzarla por impacto, será necesario que la energía que cede el electrón incidente, sea igual al potencial de excitación del átomo; análogo al proceso de ionización, existen otros mecanismos alternos como la foto excitación o la excitación por temperatura, en la reacción:



el átomo neutro se excita por impacto electrónico; al igual que en la ionización, el electrón promotor continúa moviéndose y puede excitar otros átomos neutros en la nube de descarga.

El átomo excitado debe regresar a sus estado base, por lo que debe perder la fracción de energía ganada; la relajación, es el proceso inverso, así los átomos excitados deben liberar la energía por medio de la emisión de un fotón, cuya longitud de onda corresponde a la diferencia de energía específica ΔE entre los niveles cuánticos correspondientes.

En el intervalo del espectro visible las longitudes de onda están entre los 400 y 720 nm, que corresponden a las transiciones electrónicas de 3 a 1.7 eV. Para el caso de Argón, la emisión fotónica produce una coloración morada en la descarga. Es claro que con instrumentos sensibles a otras longitudes de onda se puede detectar un espectro más amplio. Este fenómeno produce la llamada *Descarga Luminosa*, así el proceso queda representado por:



en donde A^* es el átomo excitado y ν la frecuencia (c/λ) del fotón.

1.4.3 Recombinación

Así como la relajación es el inverso de la excitación, el proceso de recombinación es el inverso de la ionización; el mecanismo de la recombinación de un ion implica la captura de al menos un electrón para reconstituir un átomo neutro. En el arreglo de electrodos paralelos de un sistema de depósito por sputtering, la recombinación o captura de un electrón, se lleva a cabo principalmente en el blanco o electrodo negativo durante la colisión.

La producción de iones y recombinación debe mantenerse en un estado estacionario, de tal manera que el campo eléctrico resultante en la nube de descarga gaseosa sea cero.

Estos cuatro procesos de colisión inelásticas son inevitables en una nube de descarga.

1.5 Sistema convencional de sputtering cd

Un método para producir los iones incidentes es introducir un gas “fácilmente ionizable” a una presión parcial alta comparada con la presión residual en un sistema de vacío, enfrentar un par de electrodos planos paralelos y establecer una diferencia de potencial entre ellos, Figura 1.3 [4]

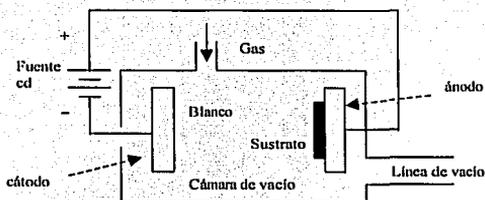


Figura 1.3
Sistema convencional

En la Figura 1.3, el blanco se mantiene a un potencial negativo (cátodo) y el resto de los componentes del sistema son la referencia de tierra (ánodo); al aplicar un voltaje negativo, se genera un campo eléctrico intenso para que los electrones en la cámara sean acelerados ganando energía cinética; en su movimiento hacia el ánodo, pueden chocar con los átomos de argón neutros generando iones y más electrones (ionización), así, mientras más larga sea su trayectoria, la probabilidad de obtener más colisiones ionizantes aumenta. Por otro lado, los iones se pueden recombinar o pueden atraerse hacia el cátodo por el campo eléctrico (E), en este caso, los iones al golpear el cátodo que se usa como blanco, desprenden átomos y también pueden liberar electrones secundarios.

El flujo de iones al cátodo produce una corriente iónica, la cual aumenta con la densidad del gas de trabajo y del potencial aplicado; los átomos eyectados salen en direcciones aleatorias y algunos llegarán al sustrato, condensándose y formando la película sobre el sustrato, así, se tiene el proceso de sputtering en sus forma más simple, en la Figura 1.4 se muestra esquemáticamente esta configuración y se distingue algunas colisiones que se presentan en la nube de descarga.

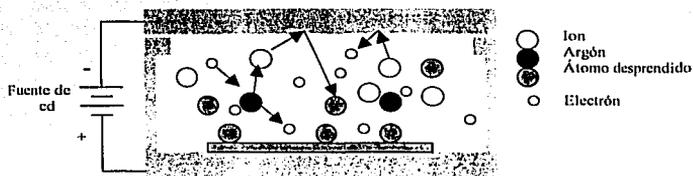


Figura 1.4
Configuración básica de sputtering

Cabe mencionar que el aumento en el número de electrones produce más iones y por tanto una mayor tasa de erosión del blanco, sin embargo, un exceso de electrones produce un bombardeo intenso del sustrato, hecho que en ocasiones resulta indeseable debido al aumento de la temperatura.

1.6 Fuentes de sputtering tipo magnetrón

Alternativamente existen varios mecanismos para incrementar la eficiencia de ionización del gas, como el uso de una fuente externa de electrones como en el *sistema triodo* o el confinamiento magnético de electrones, donde, en vez de aumentar el número de electrones emitidos por el cátodo, se aumenta la probabilidad de ionización con los electrones

disponibles, a este proceso se le llama “*Magnetron Sputtering*” (MS) y consiste en una superposición de un campo magnético (**B**) perpendicular al campo eléctrico (**E**), es decir campos cruzados.

A los arreglos magnéticos para producir sputtering se les conoce como Fuentes de Sputtering Tipo Magnetron (FSTM) y pueden ser arreglos de imanes permanentes o un electro imagneto, en la Figura 1.5 se muestran dos configuraciones de fuente de este tipo.

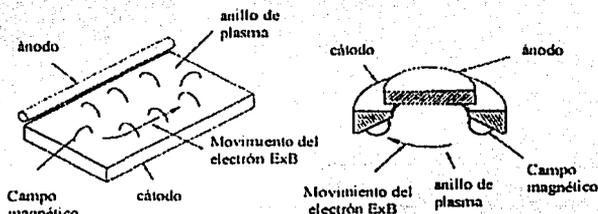


Figura 1.5
Esquema de fuentes de Sputtering [4]

El campo eléctrico tiene como consecuencia la ionización del gas de trabajo que se introduce en el interior de la cámara, mientras que el efecto del campo magnético sobre la nube de descarga es por medio de los electrones, ya que la influencia sobre los iones puede ser despreciada por ser más pesados. A continuación se describe el movimiento de los electrones en un campo magnético y posteriormente, su movimiento resultante al aplicar ambos campos tanto eléctrico como magnético.

Una partícula cargada sólo experimenta una fuerza bajo la influencia del campo magnético uniforme, si su velocidad es diferente de cero, si este es el caso, los electrones sienten una fuerza electromagnética en la dirección perpendicular tanto al vector de campo magnético como al de velocidad dada por la ecuación 5: [15]

$$\vec{F} = q\vec{v} \times \vec{B} \quad (5)$$

Esta fuerza es máxima cuando ambos vectores son perpendiculares, en este caso v_{\perp} al campo magnético modifica la trayectoria del electrón a una órbita circular y cuando la velocidad tiene ambas componentes tanto perpendicular como paralela a \vec{B} , los electrones se encuentran confinados en órbitas cicloidales alrededor de las líneas del campo, así deben viajar un camino más largo aumentando la probabilidad de producir más colisiones ionizantes. Al estar confinados los electrones se disminuye la cantidad que llega al sustrato, reduciendo el calentamiento de este último.

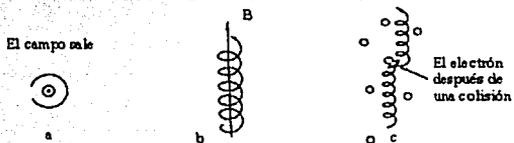


Figura 1.6
Movimiento del electrón en un campo magnético B [4]

Para encontrar una expresión que describa la órbita, se utiliza la segunda ley de Newton y la aceleración centrípeta necesaria para mantener a la partícula en órbita dada por la interacción con el campo magnético

$$F = ma = \frac{mv^2}{r} \quad (6)$$

La fuerza magnética es:

$$F = qvB \quad (7)$$

igualando las expresiones obtenidas para la fuerza se tiene la ecuación para el radio de la órbita,

$$r = \frac{mv}{qB} \quad (8)$$

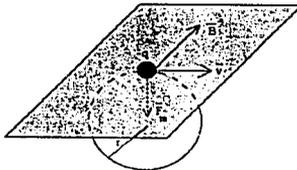


Figura 1.7
Trayectoria circular

De la ecuación 8 se desprende que el radio de las órbitas disminuye cuando se aumenta el campo, por otro lado, debido a la baja presión y la consecuente baja en la frecuencia de colisiones, los electrones pueden acumular energía cinética suficiente para producir excitación o ionización durante las colisiones con partículas pesadas (átomos o iones). Así el efecto de la aplicación del campo magnético es reducir la pérdida de electrones por recombinación y se aumenta el camino que viajan los electrones, aumentando la probabilidad de que éstos puedan realizar más colisiones ionizantes.

Movimiento de cargas en presencia de campos E y B

Cuando un campo eléctrico es aplicado directamente paralelo al campo magnético, los electrones son acelerados libremente alrededor de las líneas de campo, sin embargo, si el campo eléctrico tiene una componente perpendicular a B los electrones van a experimentar un movimiento cicloidal resultante en la dirección perpendicular a ambos, conocido como deriva $E \times B$ y se muestra en la Figura 1.8

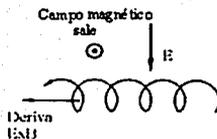


Figura 1.8
Movimiento de electrones en campos cruzados (cicloidal)

En la superficie del blanco que se encuentra expuesta a la nube de descarga se encuentra una región conocida como espacio oscuro donde los electrones se encuentran confinados y con su movimiento de deriva, el espesor de este espacio es dos veces el radio de la órbita del electrón. Para encontrar una ecuación del radio en función del campo magnético y el potencial aplicado se parte de la ecuación (8) obtenida para el radio de la órbita:

$$r = \frac{mv}{qB} \quad (8)$$

y se utiliza el principio de conservación de la energía para encontrar la velocidad del electrón. El electrón al moverse a través de una diferencia de potencial gana energía cinética, que resulta del trabajo hecho sobre el electrón. Igualando las energías se obtiene:

$$qV = \frac{mv^2}{2} \quad (9)$$

Despejando la velocidad;

$$v = \sqrt{\frac{2qV}{m}} \quad (10)$$

sustituyendo el valor de v, en la ecuación del radio de la órbita y simplificando se tiene

$$r = \sqrt{V} \frac{1}{B} \sqrt{\frac{2m}{q}} \quad (11)$$

En la práctica, en el cátodo se coloca el blanco, que es bombardeado por iones incidentes que desprenden el material que será depositado en el sustrato, como muestra la Figura 1.9

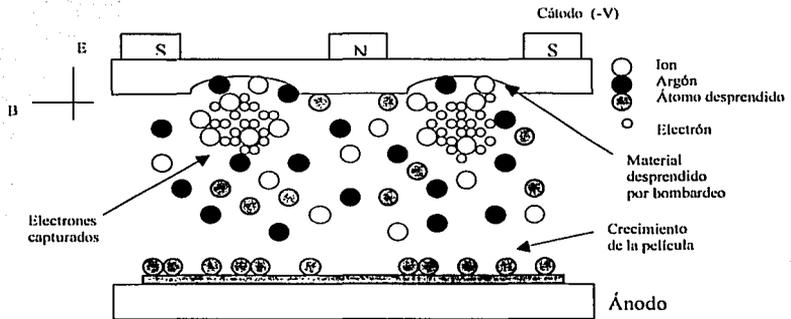


Figura 1.9
Partículas en la nube de descarga con magnetrón sputtering

Los iones acelerados rumbo al blanco desprenden material y también desprenden electrones secundarios, los cuales serán responsables de mantener la nube de descarga.

El desarrollo de fuentes de sputtering tipo Magnetrón provee de una alta eficiencia de depósito, comparable con otras técnicas como la evaporación térmica al vacío, al estar confinados los electrones por la influencia del campo magnético no arriban al sustrato por lo cual no lo calientan, permitiendo con esta técnica poder utilizar de sustrato materiales plásticos y además es más viable el depósito sobre sustratos de áreas grandes.



1.7 Ventajas de la fuente de sputtering

Una ventaja muy importante del uso de fuentes de sputtering tipo magnetrón, es producir una erosión no uniforme del blanco ya que ésta se presenta en mayor medida donde los campos E y B_{son} perpendiculares, puesto que en esta región existe una mayor producción de iones, que al ser acelerados por el campo hacia el cátodo provocan una erosión concentrada más eficiente del blanco por ejemplo (Fig. 1.9),

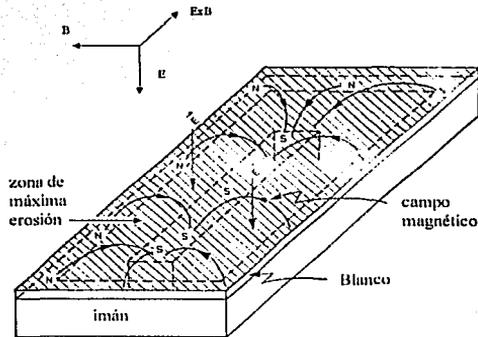


Figura 1.10
Erosión en forma de dona en el blanco

Con una fuente como la mostrada en la Figura 1.10 se obtiene una erosión del blanco en forma de dona y no sobre todo el blanco controlando el área de erosión.

Como consecuencia de lo anterior se tiene un mejor control del depósito sobre el sustrato y permite que, al cambiar la configuración de los campos, se pueda obtener una distribución del material depositado sobre el sustrato de manera uniforme o no uniforme.

1.8 Eficiencia de sputtering

En una simulación por computadora [5] del proceso resultante por un solo evento de colisión, se puede apreciar que la partícula arrancada del blanco, no es el resultado de una sola colisión de la partícula incidente, como se aprecia en la Figura 1.11

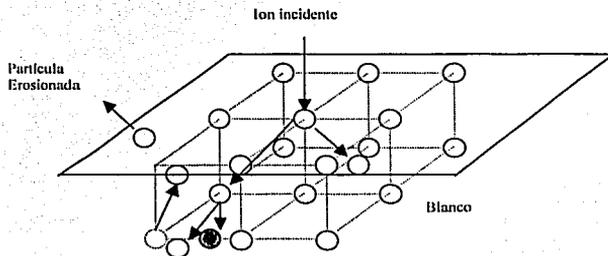


Figura 1.11
Simulación de una secuencia de colisiones debidas al impacto de un Ion

Cuando los iones golpean al blanco y desprenden átomos se define la eficiencia de sputtering S como la cantidad de átomos que salen del blanco por número de iones incidentes, que depende del material del blanco para una energía dada y del ángulo de incidencia del proyectil. Para el aluminio la eficiencia es típicamente de 0.73 a -600 V. Así mismo la eficiencia es independiente de la temperatura del blanco [6], (claro que si se encuentra el blanco a una temperatura alta, la evaporación es del orden de la eficiencia de sputtering).

La producción de partículas arrancadas tiende a ser mayor cuando la masa de las partículas incidentes es del mismo orden de magnitud o mayor que los átomos del blanco. De acuerdo a esto, el Argón (ionizado) se usa comúnmente como proyectil, ya que su masa es comparable con muchos materiales de interés y resulta especialmente útil cuando se requiere que el gas de trabajo no reaccione con el material blanco, ni durante la formación de la película.

La eficiencia de Sputtering se ha determinado experimentalmente, la Figura 1.12 muestra una curva la eficiencia contra la energía del ión incidente para varios materiales bajo una salida normal de la superficie. [4]

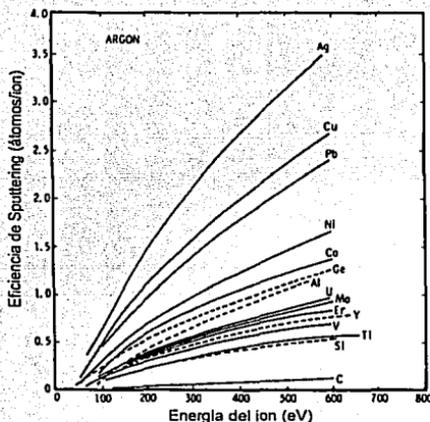


Figura 1.12
Variación de la eficiencia de Sputtering para varios materiales como función de la energía del ión a un ángulo de incidencia normal

En un sistema de Sputtering, como el blanco es alimentado por un potencial negativo los iones que se desprenden del blanco son recapturados, así, los átomos desprendidos se encuentran en su estado neutro.

El ángulo de incidencia de los iones con respecto al blanco y el movimiento del material desprendido hacia el sustrato, son factores importantes en la formación de la película delgada, que se consideran a continuación.

a) Cuando el ángulo de incidencia es normal a la superficie es más probable que el ion incidente sea implantado, al disminuir este ángulo es más probable que se presente el fenómeno de Sputtering así la eficiencia aumenta y es máxima para ángulos comprendidos entre los 50° y 80° con respecto a la normal; para ángulos menores es más probable que el ion se refleje. La eficiencia además de depender del ángulo, a su vez depende de la naturaleza del blanco, la naturaleza del ion incidente y de su energía. La distribución del material desprendido tiene la forma cosenoidal (Knudsen), Figura 1.13

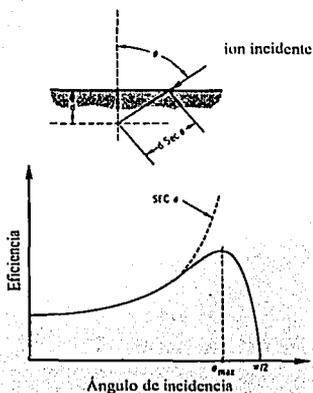


Figura 1.13
Diagrama esquemático de la variación de la eficiencia de Sputtering con el ángulo de incidencia, a una energía constante

b) Cuando el material desprendido atraviesa el plasma, se tiene un doble compromiso; por un lado, si la presión es alta se tienen más iones que colisionan con el blanco y se desprende más material, pero este material desprendido colisiona con las partículas de la nube de descarga, que ahora tiene un menor camino libre medio debido a la alta densidad, de esta forma el material desprendido puede ser desviado en su mayoría hacia las paredes de la cámara, provocando que el crecimiento de la película sea poco eficiente. Por otro lado, si la presión es baja, por consecuencia la densidad del plasma es también baja y el camino libre medio aumenta, así, el material desprendido atraviesa la nube con mayor "facilidad" y se deposita principalmente sobre el sustrato, esto implica que se requiere más tiempo en la formación de la película, debido a que esta baja densidad provee de una menor erosión del blanco, pero es más eficiente con respecto a la formación de la película.

Capítulo 2

Películas Delgadas

Durante los últimos cien años, la investigación de las propiedades físicas de la materia ha provocado que la física se divida en áreas específicas, que se distinguen por su temática y métodos de investigación. Una de las áreas importantes es la Física de Películas Delgadas, cuyo objetivo es estudiar la estructura y propiedades de películas, así como la interacción de la película con el sustrato. [7]

En la práctica, se considera como una película delgada a la estructura sólida preparada por alguno de los métodos físicos o químicos con espesor menor a $1 \mu\text{m}$; cuando la película tiene un espesor mayor, se denomina película gruesa.

Por otro lado, el desarrollo tecnológico actual permite controlar la mayoría de los parámetros de crecimiento, lo que tiene como consecuencia la posibilidad de controlar también sus propiedades, de tal forma que, existen una gran variedad de métodos para el depósito de películas delgadas y es posible crecer estructuras con un conjunto de propiedades definidas por el usuario.

2.1 Aplicaciones generales

Las películas delgadas tienen una amplia variedad de aplicaciones en distintas áreas, tanto científicas como tecnológicas, algunos ejemplos son las películas de materiales

superconductores, para superficies reflectoras, para recubrimientos arquitectónicos y metalizado de partes automotrices entre otras; estas aplicaciones se incluyen dentro de las siguientes áreas genéricas [8]:

- Ópticamente funcionales.- óptica de láser (transmisión y reflexión), vidrios arquitectónicos, espejos, películas reflectoras y anti-reflectivas, películas ópticamente absorbentes, absorbedores solares efectivos.
- Eléctricamente funcionales.- conductores eléctricos, contactos eléctricos, dispositivos activos de estado sólido, aislantes eléctricos, celdas solares.
- Mecánicamente funcionales.- películas lubricantes, barreras de difusión, revestimientos duros para herramientas de corte, películas resistentes a la corrosión.
- Químicamente funcionales.- películas resistentes a la corrosión, revestimiento de baterías.
- Decorativo.- relojes, lentes, joyería, partes automotrices.

2.2 Proceso de crecimiento

En el método de sputtering, como en otras técnicas de depósito al vacío, el material base incide sobre el sustrato como átomos y moléculas, sin embargo serán necesarias ciertas condiciones para que se lleve a cabo su condensación. La más importante es sin duda el hecho de que la presión parcial en la fase gaseosa del material que se deposita, sea mayor o igual a la presión de vapor de la fase sólida, esta condición y otras, sólo suceden si la película crece sobre el mismo material; sin embargo, cuando los sustratos son de diferente naturaleza, se requiere de una tercera fase, a la que se denomina fase adsorbida.

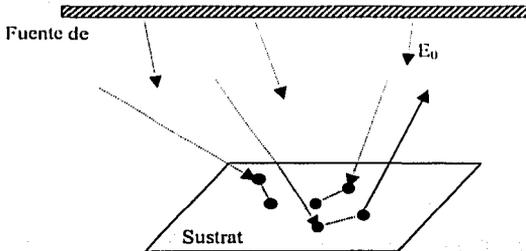


Figura 2.1
Adsorción de átomos o moléculas sobre un sustrato

En la fase de adsorción¹ como en la Figura 2.1, los átomos en fase gaseosa inciden sobre la superficie sólida del sustrato y se “pegan” debido a las fuerzas superficiales de Van der Waalls; en general las partículas que inciden sobre la superficie no se combinan entre sí y presentan gran movilidad (difusión superficial), por lo que pueden re-evaporarse o si se equilibran térmicamente con el sustrato pueden permanecer como partículas adsorbidas.

El depósito de estas partículas adsorbidas a partir de una fase gaseosa se puede dividir en cinco etapas; nucleación, coalescencia, etapa de canales, etapa de hoyos y película continua. En la Figura 2.2 se muestra un esquema de las etapas de crecimiento, cabe señalar que el proceso es común a todas las técnicas de crecimiento. [9] y [10]

¹ Adhesión de moléculas del gas a la superficie del material

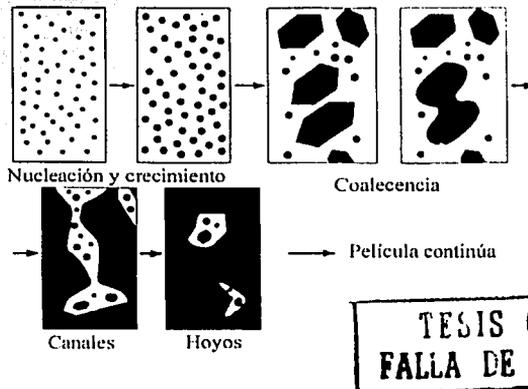


Figura 2.2
Etapas de crecimiento de una película

La condensación se inicia con la formación de pequeños cúmulos debidos a la combinación de varios átomos adsorbidos. Estos cúmulos son llamados núcleos y el proceso de su formación se le conoce como nucleación. Los núcleos al crecer dan lugar a islas bien definidas que eventualmente llegan a tocarse, dando lugar a un proceso conocido como etapa de coalescencia en el cual las islas se ponen en contacto y se fusionan de modo similar a dos gotas de agua que se tocan. En las zonas descubiertas como resultado de la coalescencia continua la formación de núcleos llamados núcleos secundarios, este proceso continua hasta que se ha llenado la mayoría de los huecos. Conforme las islas coalescen se recubre casi toda la superficie del sustrato y se llega a una etapa en la que sólo faltan por cubrir pequeños espacios en forma de canales. En estos espacios continúa el proceso de nucleación, cuando estos núcleos tocan los bordes de los canales son incorporados al resto de material siguiendo el comportamiento tipo líquido observado en la coalescencia; este proceso continúa hasta que se alcanza la etapa de película continúa, donde sólo aumenta el espesor.

Cuando se crecen películas delgadas por sputtering el ambiente es muy complejo, ya que el medio por el que deben moverse las partículas eyectadas es un medio de alta densidad de partículas neutras provenientes del gas de trabajo, iones generados en la descarga gaseosa y electrones libres y secundarios, este hecho es significativo desde el punto de vista del número de átomos que son eyectados y que alcanzan el sustrato, es claro que existe además, un compromiso entre la presión del gas trabajo y el camino libre medio (λ) en la formación de la película o mejor expresado como la velocidad de crecimiento de la película.

Con este método de crecimiento se distinguen dos factores importantes: la temperatura del sustrato, debido a que el aumento promueve una alta movilidad de las partículas depositadas, y la naturaleza del sustrato.

Durante el crecimiento, el sustrato y la película en proceso de crecimiento son bombardeados por otras partículas además del material erosionado, como son: contaminantes, fotones, electrones, entre otras.

Una de las ventajas del sputtering sobre otras técnicas de depósito como la evaporación térmica es durante el crecimiento de la película delgada y se refleja en una mayor adherencia.

Un punto importante cuando se requiere de películas con aplicación específica es la distribución del material eyectado sobre toda la superficie del sustrato; algunas aplicaciones como las superficies reflectivas o algunos dispositivos electrónicos no requieren de una distribución específica o espesor determinado y su preparación resulta simple, sin embargo, para otras aplicaciones, la distribución superficial del material es fundamental para la aplicación y debe controlarse con precisión.

En el método de sputtering, el vapor se genera a partir del blanco sólido instalado en la fuente tipo magnetrón y la distribución teórica de eyección de partículas es cosenoidal, si se compara con una fuente "ideal", los patrones de distribución de material eyectado y depositado sobre un área se observaría de acuerdo a la Figura 2.3

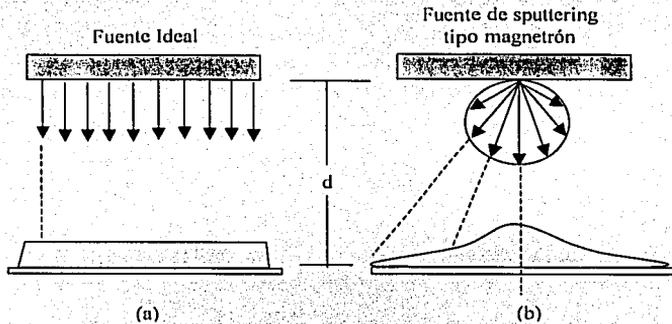


Figura 2.3
Perfil de distribución del material depositado

En (a) la fuente "Ideal" genera vapor de manera uniforme, así, la película una vez que alcanza el estado continuo crecerá en una sola dimensión, el espesor; lo que puede generar una película uniforme sobre toda el área del sustrato, sin embargo este es el caso ideal. En el caso (b) al considerar la distribución coseno se aprecia que el crecimiento es mayor en la dirección normal al blanco.

Para crecer películas delgadas uniformes bajo estas condiciones, se tienen dos opciones; disminuir la distancia d a d_1 y mover el sustrato en una la dirección seleccionada (x) o aumentar la distancia d a d_2 y mantener el sustrato estático. En la Figura 2.4 se muestran las curvas experimentales para ambos casos.

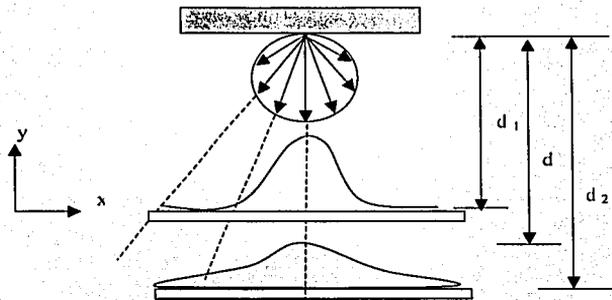


Figura 2.4
Posibles formas de obtener una película uniforme

En el proceso descrito anteriormente se considera sólo una eficiencia de Sputtering. Cuando se tienen dos eficiencias S_1 y S_2 con $S_1 > S_2$ se puede obtener que el crecimiento de la película delgada sea no uniforme sobre el área del sustrato, como se aprecia en la Figura 2.5.

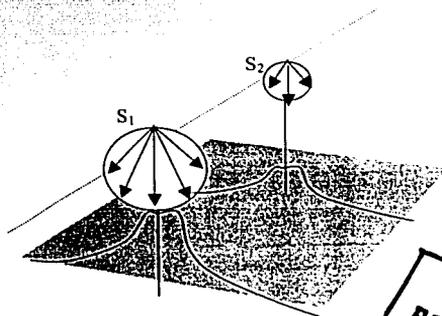


Figura 2.5
Formación de película no uniforme

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

En la Figura 2.6 se representa que un cambio en las eficiencias promueve un cambio en el espesor en algunas regiones de la película delgada, esto se debe a que el material desprendido bajo la eficiencia S_1 , se deposita en el sustrato sobre el área A, similarmente, el material desprendido con la eficiencia S_2 se deposita sobre el área B del mismo sustrato, considerando áreas iguales ($A = B = xy$). De esta forma se ve favorecido el crecimiento de la película en A más que en B; para un mismo tiempo, así, el espesor en A será mayor que en B.

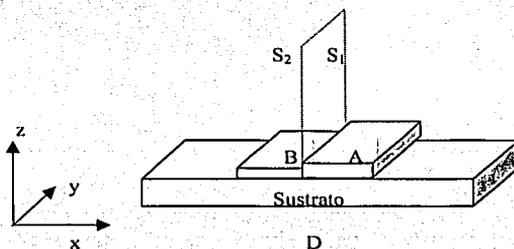


Figura 2.6
Cambio de espesor

Una vista lateral del sustrato muestra el cambio teórico del espesor en la dirección x a lo largo de la muestra Figura 2.7, el escalón que se forma no se presentaría en principio si las eficiencias fuesen las mismas.

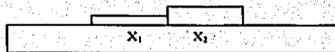


Figura 2.7
Escalón debido al cambio de eficiencias S .

Extendiendo esta hipótesis, se divide la longitud total del sustrato D en fracciones iguales $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$, así, $D = n x$ con una eficiencia $S_1, S_2, S_3, \dots, S_n$ respectivamente. Entonces el cambio en la dirección x , sería un conjunto de escalones que van aumentando de altura o espesor. Para reducir el ancho del escalón se hace que x_n tienda a ser muy pequeño, así mientras más pequeño sea x_n el cambio en el espesor será más continuo. Si se considera un cambio lineal $S_n = k S_{n-1}$, del las eficiencias S_n , el crecimiento de la película será el representado en la figura 2.8

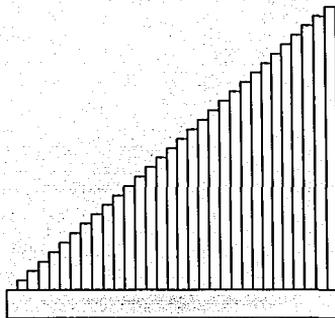


Figura 2.8
Cuando $x \rightarrow 0$ y con $S_n = k S_{n-1}$

Dado que x tiende a cero se pueden graficar como un continuo.

Con este cambio lineal en las eficiencias se obtendría una variación de forma lineal en el espesor de la película en la dirección "x" y para aumentar el tamaño de la película en la dirección "y" se puede mover el sustrato en esa dirección, con lo cual se tendría un crecimiento uniforme de la película en "y", Figura 2.9.

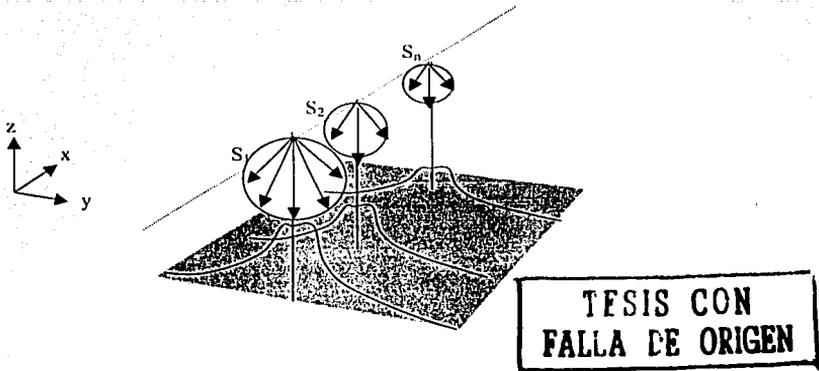


Figura 2.9
Crecimiento de una película de espesor variable linealmente.

Existen, claro está, otras formas en las que puede variar la eficiencia S y por consiguiente el espesor, estas formas pueden ser exponenciales $S_n = e^m S_{n-1}$ o potenciales $S_n = q^m S_{n-1}$, entre otras posibles, en la figura 2.10 se muestran estas curvas que incluyen el caso lineal antes mencionado.

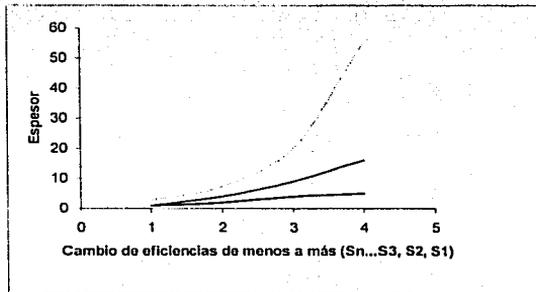


Figura 2.10
Funciones típicas que describen la variación del espesor en función de la eficiencia $S_1 > S_2 > \dots > S_n$

Entonces de ser ciertos los argumentos con respecto a las eficiencias dados anteriormente se puede suponer que, un cambio en las eficiencias de la fuente de Sputtering produce alguna de las distribuciones de material depositado como las descritas en la figura 2.10

Capítulo 3

Desarrollo experimental

En este capítulo se describe el dispositivo experimental que se usó para crecer las películas delgadas por la técnica de sputtering, así mismo, se describe la metodología para alcanzar el objetivo de este trabajo, partiendo de una configuración base de fuente de sputtering tipo magnetrón a la que se realizan algunas modificaciones.

3.1 Descripción del equipo

Para el método de sputtering y otros procesos físicos de depósito, se requiere de una cámara de proceso que se mantiene a una baja densidad molecular, por lo que se requiere de un sistema de bombeo con la capacidad de alcanzar una presión base en la cámara de proceso del orden de 10^{-6} Torr; la cámara de depósito disponible en Laboratorio de Alto Vacío y Películas Delgadas está construida de acero inoxidable de 53cm de diámetro y 36.5 cm de alto con un volumen de 88 litros. La geometría y dimensiones de la fuente de sputtering dependen de la aplicación específica y de las condiciones geométricas de la cámara de vacío, en este caso se usa una fuente rectangular que se describe más adelante (véase apartado 3.2.1), en la figura 3.1 se muestra el sistema de crecimiento.



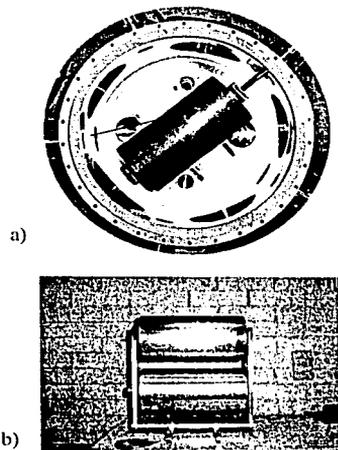
Figura 3.1
Foto del sistema de crecimiento

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

El interior de la cámara de crecimiento debe mantenerse en condiciones óptimas de limpieza, es decir, que la contribución del gas residual proveniente del ambiente o del material desorbido sea lo menor posible, de esto depende que se alcance la presión necesaria para el proceso, la pureza del material depositado y a su vez se eviten cortos en la descarga gaseosa debidos al material previamente depositado en las paredes de la cámara.

Para el acondicionamiento inicial de la cámara, se usa una bomba mecánica de paletas rotatorias Alcatel Mod 2010 de $10 \text{ m}^3 / \text{hr}$ de desplazamiento, la presión base de esta bomba es del orden de 10^{-3} Torr, todavía en el intervalo viscoso. Como es necesario reducir más la

presión hacia el intervalo molecular, para disminuir la cantidad de partículas contaminantes que puedan incidir sobre el sustrato durante la formación de la película, se utiliza una bomba turbo molecular de 150 lts / seg de velocidad de bombeo (S), hasta alcanzar una presión en el intervalo de 10^{-6} Torr, la tapa superior de Al de la cámara de proceso se utiliza como blanco de sputtering; las dimensiones del blanco son 54 cm de diámetro y 1.2 cm de espesor. Para medir la presión en el intervalo viscoso se usa un sensor de conductividad térmica tipo termopar y para el intervalo molecular se usa un medidor de ionización tipo cátodo frío. En el interior de la cámara se coloca un porta sustratos cilíndrico rotativo que se muestra en la Figura 3.2



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Figura 3.2

Porta sustratos rotativo, en a) vista superior dentro de la cámara de depósito y b) vista lateral.

En el cilindro superior de 12 cm de diámetro se coloca el sustrato flexible de PVC. La separación entre el sustrato y el blanco es de 3 cm.

A diferencia de los porta sustratos convencionales, el instalado en la cámara del laboratorio no es estático, ya que por medio de un atravesador de movimiento permite la rotación controlada; el movimiento rotativo se debe a un motor eléctrico controlado por un programa de computadora. El programa permite variar el número de revoluciones, así como la velocidad de rotación.

El potencial necesario para iniciar la descarga lo provee una fuente de corriente directa MDX Magnetrón Drive 2.5 KW de Advanced Energy, que puede proporcionar un voltaje negativo hasta de 1329 Volts, esta fuente permite controlar por potencia y da una medida directa de la corriente y el voltaje aplicados.

Para controlar la entrada del gas de trabajo se utiliza un controlador de flujo MKS que regula la entrada de Argón hasta alcanzar la presión de trabajo en el intervalo de $1 \text{ a } 3 \times 10^{-3}$ Torr y la mantiene constante. La presión real se monitorea con un sensor capacitivo MKS 122 de presión total que retroalimenta una señal de apertura proporcional de la válvula electrónica que admite el gas de trabajo.

3.2 Metodología

El crecimiento de películas, objeto de presente trabajo, se lleva a cabo con una fuente de sputtering rectangular, a la que se denominará "fuente original", con ella se crecen películas delgadas uniformes en espesor obteniendo un procedimiento general de crecimiento y de este se desprenden los parámetros de depósito.

Con estos antecedentes, se realizaron modificaciones geométricas a la fuente original partiendo de ciertas hipótesis, sin embargo, se mantuvieron constantes los parámetros de depósito presión del gas de trabajo y potencia eléctrica entre otros.

3.2.1 Descripción de la fuente original

El arreglo magnético de la fuente original está formado por ocho barras de ferrita, colocadas sobre una placa de hierro en la disposición que muestra la figura 3.3,

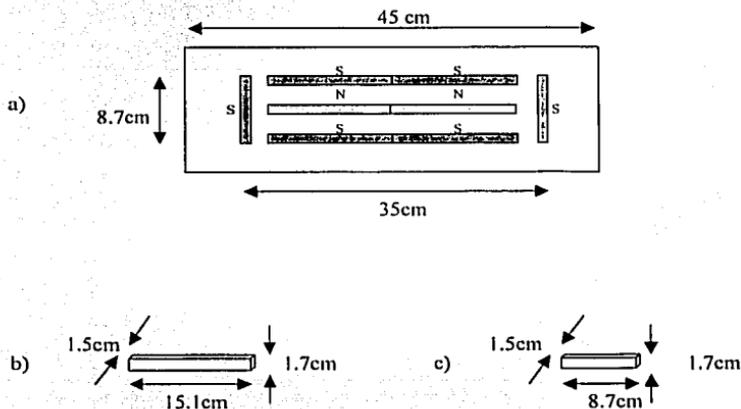


Figura 3.3
Esquema de la FSTM, en a) vista frontal, b) dimensiones de las barras largas y c) dimensiones de las barras cortas

A su vez se dan las dimensiones de las barras. El espacio entre las barras horizontales es de 1.9cm y de la perpendiculares es 0.9cm. La fuente se coloca encima de la tapa superior de la cámara de crecimiento (blanco), de esta forma la distancia de la superficie del arreglo al sustrato es de 4.2cm

3.2.2 Proceso de crecimiento

En todo proceso de crecimiento de películas es necesario seleccionar el material sustrato adecuado a la aplicación, en este caso se usa como sustrato hojas de PVC de 27.9 cm x 21 cm., las cuales se recortan para obtener muestras de 8 cm de ancho por 8 cm de longitud; posteriormente se colocan en el cilindro rotativo con una dirección longitudinal. Una vez fijos los sustratos, se procede a rotar el cilindro hasta un punto en donde el sustrato de PVC no reciba material eyectado al inicio de la descarga gaseosa, esto sucede a 180° con respecto al blanco, como se muestra en la figura 3.4, que es un corte lateral de la cámara de depósito

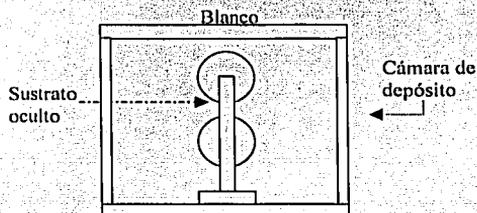


Figura 3.4
Posición del sustrato antes de comenzar el depósito

El siguiente paso consiste en cerrar la tapa superior e iniciar el proceso de bombeo hasta alcanzar la presión base del sistema de crecimiento, se coloca la FSTM alineada con el eje de rotación del cilindro y se centra con respecto al blanco.

Cuando se alcanza la presión base en el intervalo de 10^{-6} Torr, se admite el gas de trabajo Argón hasta una presión en el intervalo de 10^{-3} Torr. La relación de Argón al gas residual es de 1000:1.

La selección de los parámetros de depósito está determinada por la fuente de alimentación y por la presión de trabajo; los parámetros de depósito son: potencia (corriente x voltaje),

presión base y presión de trabajo, naturaleza del blanco, naturaleza del gas de trabajo, tiempo de exposición de la muestra al bombardeo y las condiciones del plasma.

Cuando se alcanzan las condiciones de operación (presión de trabajo) se enciende la fuente de alimentación de corriente directa, aplicando un voltaje negativo al blanco que da como resultado el inicio de la descarga gaseosa auto sostenida. Es necesario un tiempo de espera para que el sistema se estabilice y se alcance un estado estacionario; una vez alcanzado, se inicia el movimiento rotativo del porta sustratos exponiendo el sustrato a la fuente de vapor. Los parámetros de velocidad y número de exposiciones a la fuente de vapor se establecen en la computadora previamente. Con este procedimiento se obtienen las muestras; En la Tabla 1 se detallan los parámetros de depósito que se usaron.

Fecha		Tiempo	
Número de muestra	X	Potencia	400W
Sistema #	3	Voltaje	430 V
Presión del sistema	3×10^{-6} Torr	Corriente	0.93 A
Presión de trabajo	3×10^{-3} Torr	Sistema estable	Si
Gas de trabajo	Argón	No. de vueltas	55
Blanco	Aluminio	Rpm	50
Sustrato	PVC	Frecuencia	30
Magnetron	original ,a, b, c, d.	Comentarios	

Tabla 1.
Parámetros de depósito

Por este procedimiento se realizan diez muestras con la FSTM original y posteriormente diez muestras con cada una de las fuentes modificadas.

3.1.3 Modificaciones a la FSTM original

Las modificaciones geométricas en la disposición de los imanes que se realizan a la fuente original buscan cambiar el campo magnético para alcanzar el objetivo de este trabajo, de esta forma se proponen las modificaciones mostradas en la figura 3.4, cada una se considera como una "nueva fuente".

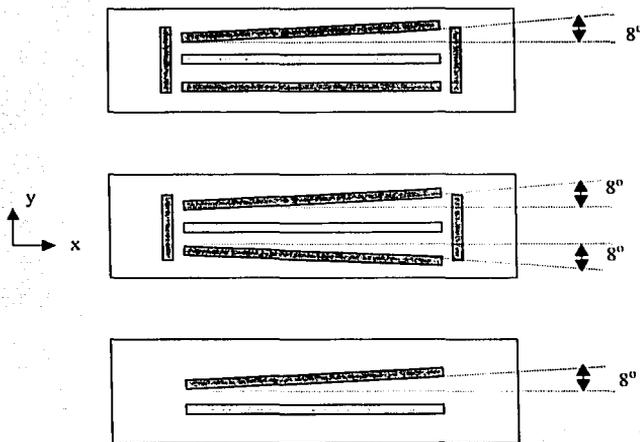


Figura 3.4
Vista superior de las fuentes modificadas,
en gris oscuro se tiene polaridad sur y en claro norte

Las fuentes mencionadas se colocan en el sistema centradas en el blanco y alineadas con respecto al eje de movimiento del porta sustratos, por no ser simétricas las líneas de imanes con respecto a la línea central, se espera un cambio en la intensidad del campo magnético, en la dirección x, que varíe la eficiencia, así, la película delgada será no uniforme en espesor.

Al realizar una evaluación preliminar de las fuentes antes mencionadas no resultaron ser propicias para el objetivo de este trabajo, por lo que se buscó otras modificaciones hasta la opción que se describe a continuación.

Campo inclinado, en este caso, se cambia el plano de los imanes con respecto al plano del blanco y se inclina la fuente, como muestra la figura 3.5



Figura 3.5
Vista lateral del arreglo magnético inclinado,
(ver figura. 3.3 para las polaridades).

La fuente se coloca paralela al eje de movimiento del porta sustratos y centrada con respecto al blanco; cabe destacar que la configuración de los imanes no se modificó, es decir que, es la fuente original. La condición no paralela de la fuente se interpreta por el sistema, como si el arreglo magnético tuviera una distribución de intensidad de campo no uniforme, menor en un extremo y varía en la dirección x . De esta forma se espera un aumento en la eficiencia donde el blanco está en contacto con la fuente y una disminución donde se encuentra separada del blanco. Esto se refleja en el crecimiento de una película de espesor variable. Si el cambio en la intensidad del campo en la dirección x es lineal se espera un crecimiento en espesor de la película delgada linealmente variable.

Capítulo 4

Evaluación y análisis de resultados

En este capítulo se analizan las películas producidas con ambas fuentes (original y campo inclinado) utilizando la densidad óptica como parámetro de medida del espesor, de estas medidas se desprende la forma que adquiere la distribución del material depositado sobre el sustrato, posteriormente se presenta la metodología para medir el campo magnético de ambas fuentes y la evaluación correspondiente.

4.1 La radiación electromagnética

Las cargas eléctricas estacionarias producen campos eléctricos y cuando se encuentran en movimiento producen campos eléctricos y magnéticos. Los cambios cíclicos en estos campos producen *radiación electromagnética*; de esta manera la radiación electromagnética consiste en una oscilación perpendicular de un campo eléctrico y magnético, que transporta energía de un punto a otro, propagándose a la velocidad de la luz.

Para el intervalo de longitud de onda entre los 400 nm (violeta) y 700 nm (rojo), el ojo humano está adaptado, por tal motivo se le denomina intervalo visible; cuando Maxwell en 1867 publicó su primera descripción extensa de su teoría electromagnética, sólo se conocía la banda de frecuencias desde el infrarrojo pasando por el visible hasta el ultravioleta. Posteriormente, se encontraron otros tipos de luz "invisibles" que al organizarlas de acuerdo a

su longitud de onda proporcionan el espectro electromagnético completo (11), que va desde las ondas de radio hasta los rayos gamma.

Las divisiones son función de los métodos que se requieren para generar y detectar las diversas clases de radiación, a continuación se describen brevemente las radiaciones que se utilizan en este trabajo.

4.1.2 Intervalo infrarrojo

La radiación infrarroja fue descubierta por el astrónomo William Herschel en 1800, al medir la temperatura más allá de la zona roja del espectro visible; la región infrarroja se extiende de los 3×10^{11} Hz. hasta alrededor de 4×10^{14} Hz. El infrarrojo o IR se subdivide en cuatro regiones: IR cercano, llamado así por su cercanía con el visible de 780nm a 3000nm, el IR Intermedio en el intervalo de 3000nm a 6000nm, el IR Lejano en el intervalo de 6000nm a 15000nm y el IR Extremo entre 15000nm a 1.0mm.

Como puede observarse se trata de una subdivisión ligera y no existe una convención en la nomenclatura, las longitudes de onda grandes se pueden generar usando osciladores de microondas o fuentes incandescentes, así, cualquier material irradiará o absorberá radiación IR por agitación térmica de sus moléculas constitutivas, por esto toda molécula que tenga un temperatura superior al cero absoluto (-273° K) emite radiación infrarroja y esta será más intensa entre más temperatura tenga el objeto [12]

4.1.3 Luz visible

La luz visible corresponde a una banda angosta de frecuencias de alrededor de 3.84×10^{14} Hz. hasta aproximadamente 7.69×10^{14} Hz. (ver tabla 4.1) cuyos fotones tienen energías en el intervalo que van de 1.65 a 3.1 eV. Se produce generalmente por un reacondicionamiento de los electrones exteriores en los átomos, moléculas o sólidos.

Color	λ_0 (nm)	ν (THz)
Rojo	780-622	384-482
Naranja	622-597	482-503
Amarillo	597-577	503-520
Verde	577-492	520-610
Azul	492-455	610-659
Violeta	455-390	659-769
	$1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$	$1 \text{ THz} = 10^{12} \text{ Hz}$

Tabla 4.1
Frecuencia aproximada y el intervalo de longitud de onda en el vacío para los distintos colores.

4.1.4 Ultravioleta

Los experimentos de Herschel sobre luz infrarroja impulsaron a J.W. Ritter (1801) a investigar el otro extremo del intervalo visible, los "rayos ultravioleta" (UV), actualmente se entiende por UV el intervalo de 7.5×10^{14} Hz hasta 3×10^{17} Hz. (400nm a 1nm; 3.1 eV a 124 eV) distinguiéndose usualmente el UV cercano (400nm a 200nm), el medio y el lejano ya en superposición con los rayos x.

4.2 Fenómenos que ocurren al interactuar radiación con materia

Cuando la energía electromagnética se transmite a través de gases, líquidos y sólidos su intensidad, longitud de onda, dirección de propagación y plano de vibración son afectados por uno o más de los siguientes fenómenos de propagación.

- Reflexión de la radiación en la interfase de los dos medios, en este proceso parte de la radiación incidente es reflejada al medio desde el cual incide.
- Refracción en la interfase entre los dos medios.
- Absorción, la intensidad de la radiación se reduce más y más conforme se propaga a través del medio absorbente (este fenómeno se describe con mas profundidad en el siguiente apartado). En este fenómeno la energía de la radiación electromagnética se convierte en otras formas de energía, usualmente en calor, pero también en radiaciones de diferentes longitudes de onda (fluorescencia) o cede energía a los electrones del medio.
- Esparcimiento de la radiación por las partículas dispuestas al azar, esta interacción difunde la radiación incidente pero no cambia su energía o su frecuencia.
- Polarización la cual cambia la dirección de oscilación de los campos eléctricos y magnéticos.

4.2.1 Absorción de radiación

Cuando la radiación pasa a través de un sólido, líquido o gas, ciertas frecuencias pueden eliminarse selectivamente por absorción, donde la energía electromagnética se transfiere a los átomos, iones o moléculas constitutivas de la muestra, la absorción promueve a estas especies

desde su estado normal a temperatura ambiente o estado fundamental a uno o varios estados de mayor energía. De acuerdo a la teoría cuántica los átomos, moléculas o iones sólo tienen un número limitado de niveles de energía discretos y por tanto, para que se produzca la absorción de la radiación, la energía de los fotones excitadores debe coincidir exactamente con la diferencia de energía entre el estado fundamental y uno de los estados excitados de las especies absorbentes. Ya que las diferencias de energía son singulares para cada especie, el estudio de las frecuencias de la radiación absorbida proporciona un medio de caracterizar a los constituyentes de una muestra de materia, con este fin, se representa la absorbancia A en función de la longitud de onda λ o la frecuencia ν . (la absorbancia es una medida de la disminución de la potencia radiante que se define con mayor precisión en 4.2.3)

4.2.2 Transmitancia

Si se define como ϕ_0 la cantidad de luz que incide sobre un bloque fotones / seg de una longitud de onda definida (i.e. la intensidad del haz) y ϕ la cantidad de luz que emerge; puede definirse la transmitancia T como la razón de la cantidad de luz transmitida a la cantidad de luz incidente:

$$T = \frac{\phi}{\phi_0} \quad (12)$$

si el bloque se corta en una serie de rebanadas delgadas iguales de espesor Δx ; como todas son iguales absorberán el mismo porcentaje de radiación.

Por simplicidad, se supone que el porcentaje perdido es del 50%; lo que significa que si el 100% de la radiación incide sobre la primer rebanada, sólo el 50% emerge para incidir sobre la segunda, si nuevamente el 50% de la radiación se pierde, únicamente el 25% (de la radiación original) alcanza la tercera rebanada, el 12.5% llega a la cuarta y el 6.25% a la quinta y así sucesivamente. En resumen mientras los porcentajes absorbidos en cada rebanada son los mismos, las cantidades de radiación que inciden sobre cada una son progresivamente menores.

Graficando la cantidad de radiación que alcanza cierta profundidad i.e. graficando la Transmitancia como función del espesor, se obtiene la curva mostrada en la Figura 4.1

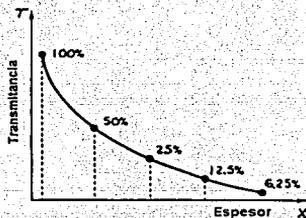


Figura 4.1
Variación del espesor en función de la Transmitancia

4.2.3 Absorbancia

La Absorbancia (A) también se conoce como Densidad Óptica (D.O.) y se define como el logaritmo en base 10 del inverso de la Transmitancia

$$A = \log_{10} \left(\frac{1}{T} \right) \quad (13)$$

Sustituyendo la ecuación 12 en 13 se obtiene que la absorbancia también puede definirse como:

$$A = \log_{10} \left(\frac{\phi_0}{\phi} \right) \quad (14)$$

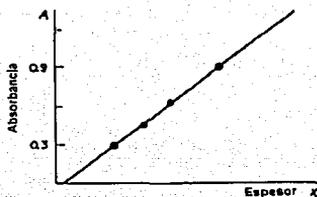


Figura 4.2
Variación del espesor en función de la absorbancia

Al graficar la absorbancia en función de espesor, se obtiene la curva mostrada en la figura 4.2 y se desprende una relación lineal entre las variables, por esto se puede decir que a mayor espesor corresponde una mayor densidad óptica y viceversa [13]

En la tabla 4.2 se dan algunas conversiones, obtenidas con la ecuación 3.

T % Transmitancia	Δ Absorbancia
100.00%	0.000
95.00%	0.022
90.00%	0.046
85.00%	0.071
80.00%	0.097
75.00%	0.125
70.00%	0.155
65.00%	0.187
60.00%	0.222
55.00%	0.260
50.00%	0.301
45.00%	0.347
40.00%	0.398
35.00%	0.456
30.00%	0.523
25.00%	0.602
20.00%	0.699
15.00%	0.824
10.00%	1.000
5.00%	1.301
1.00%	2.000
0.10%	3.000
0.00%	Opaco

Tabla 4.2
Conversiones.

4.3 Medición de la absorbancia o densidad óptica

Para medir la densidad óptica se utiliza un espectrofotómetro Génesis 5 [14] y se obtiene una medida directa de esta variable. Para obtener una longitud de onda con la cual se realicen las

medidas de todas las muestras producidas se lleva a cabo un espectro de absorción de una sustrato sin depósito para obtener una línea base y posteriormente se coloca una muestra típica ya con depósito y se le realiza un barrido de los 200nm a los 1100nm, que pasa por los intervalos UV cercano, Visible e IR cercano, con lo cual se obtiene la gráfica característica que se muestra en la Figura 4.3

10 OCT 2002 17:13:06
Application: SURVEY SCAN
Test name:
Data name: DEFAULT
Start Wavelength: 200.0
Stop Wavelength: 1100.0

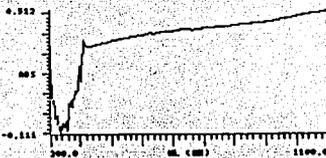


Figura 4.3
Espectro de Absorción de una muestra típica con depósito.

De la figura anterior se desprende una variación lineal, dentro del intervalo de 320nm a 1100nm, por lo que es posible seleccionar una longitud de onda dentro de este intervalo. Así, se consideró la longitud de onda de 570nm (2.17eV).

Las muestras obtenidas con este método de crecimiento son de 8x8cm, las cuales son seccionadas en "tiras" de 1x8 cm, las mediciones de la variable se realizan cambiando sobre la longitud cada medida (dirección x), en cada sección se marcan separaciones de un centímetro y se consideran los valores intermedios de la absorbancia en cada medida hasta obtener ocho valores por sección.

Las gráficas de barras que se obtienen de cada muestra, agrupan series de 8 secciones por gráfico, considerando los parámetros (longitud, sección, D. O.)

Primero se muestran dos gráficos característicos que se obtienen al evaluar las muestras realizadas con la fuente original y posteriormente se presentan cinco gráficos que se obtienen con el uso de la fuente de campo inclinado.

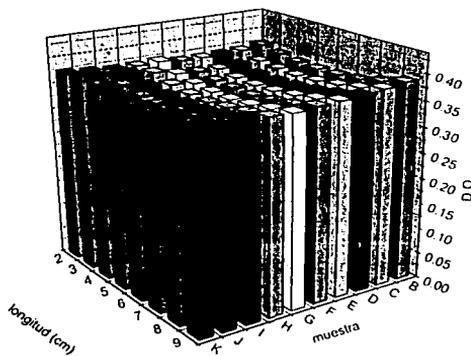


Figura 4.4
Valores de las 64 secciones obtenidas al dividir la muestra original de 8x8cm
fuente original I

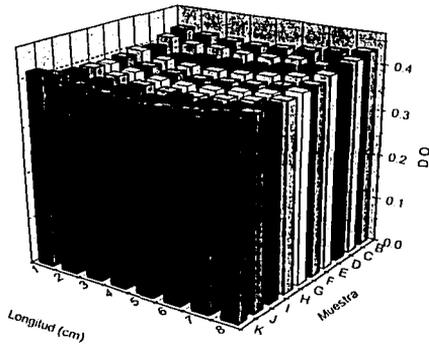


Figura 4.5
Valores de las 64 secciones obtenidas al dividir la muestra original de 8x8cm
Fuente original 2

Para encontrar el porcentaje de uniformidad se consideran los valores medios de esta variable a lo ancho de todas las secciones (B, C, D...), calculando la desviación del valor máximo y el mínimo con respecto a la media, en la misma dirección. Con esto se encuentra los porcentaje de uniformidad de 92.4% y 94% en las gráficas 1 y 2 respectivamente.

La fuente de campo inclinado se dispuso a 1.1° con respecto al blanco (0.6cm de altura). A continuación se presentan los gráficos obtenidos en la evaluación.

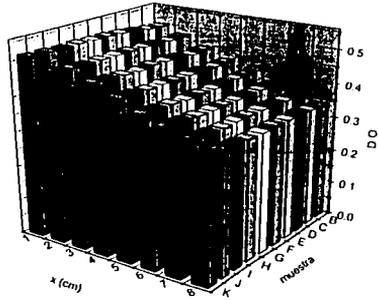


Figura 4.6
Conjunto de muestras de campo inclinado 1

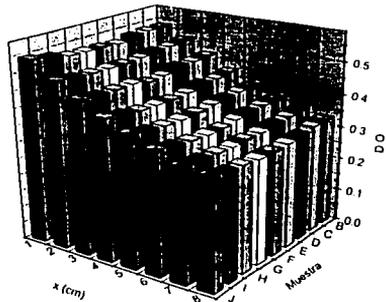


Figura 4.7
Conjunto de muestras de campo inclinado 2

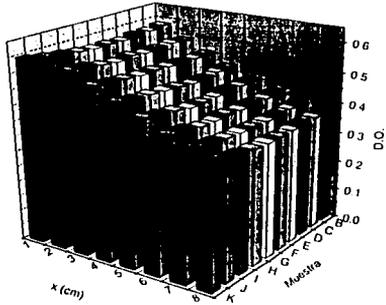


Figura 4.8 Conjunto de muestras de campo inclinado 3

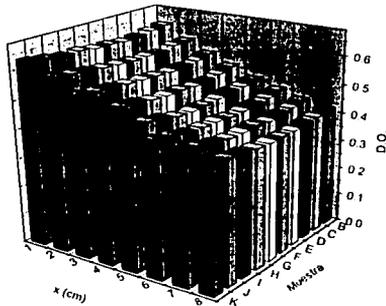


Figura 4.9
Conjunto de muestras de campo inclinado 4

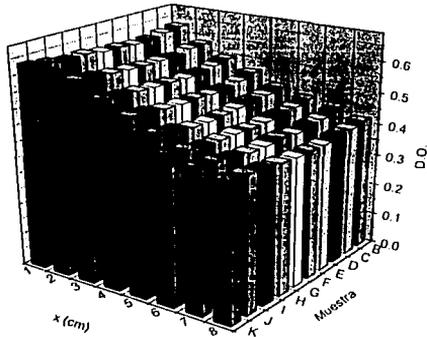


Figura 4.10
Conjunto de muestras de campo inclinado 5

Las gráficas anteriores con la fuente de campo inclinado muestran que la variación de la densidad óptica en la dirección x es lineal, para cada una de las gráficas de las figuras 4.6 a 4.10, se realiza una regresión lineal que agrupa el comportamiento del conjunto de secciones de cada muestra. De esta forma se obtienen cinco ecuaciones de recta representativas, que se muestran en la tabla 4.3

C_inclinado1	$y=mx+b$	R	SD	N
	$y = -0.02314 (\pm) 0.0015 * x + 0.51963 (\pm)$ 0.00815	-0.98757	2.83098	8
C_inclinado2	$y=mx+b$	R	SD	N
	$y = -0.03055 (\pm) 0.00168 * x + 0.5502 (\pm)$ 0.00865	-0.99104	1.27991	8
C_inclinado3	$y=mx+b$	R	SD	N
	$Y = -0.02922 (\pm) 0.00132 * x + 0.60453 (\pm)$ 0.00734	-0.9939	1.08038	8
C_inclinado4	$y=mx+b$	R	SD	N
	$y = -0.03007 (\pm) 0.00196 * x + 0.63973 (\pm)$ 0.01009	-0.98755	1.55157	8
C_inclinado5	$y=mx+b$	R	SD	N
	$y = -0.02421 (\pm) 0.0009 * x + 0.5219 (\pm)$ 0.00484	-0.99575	2.87642	8

Tabla 4.3
Resultados

Las ecuaciones de recta obtenidas, se grafican en la figura 4.11 donde F_1 , F_2 , F_3 , F_4 y F_5 corresponden a los conjuntos de muestras: Campo inclinado 1, Campo inclinado 2,... respectivamente. De la misma figura se desprende que el cambio en las pendientes es mínimo pero no muestra una regularidad; una pendiente mayor se traduce en un cambio más rápido del espesor de la película. Sin embargo la ordenada al origen es otro factor importante ya que aún cuando dos ecuaciones de recta tuvieran la misma pendiente, pero una, con mayor ordenada al origen tiene un espesor mayor aunque el cambio sea el mismo.

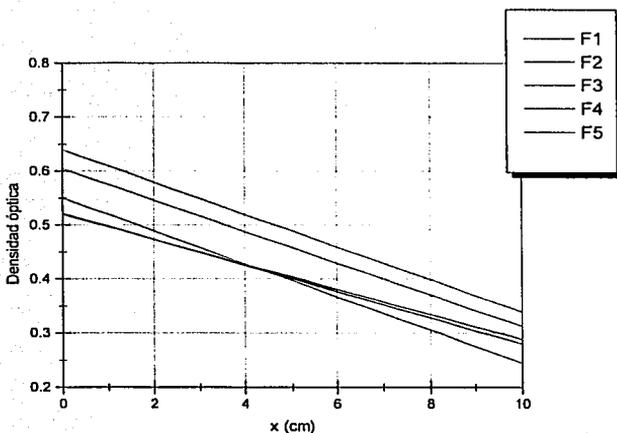


Figura 4.11
Gráfica de las ecuaciones de recta representativas

En la gráfica anterior se tiene como referencia que del lado derecho de arriba hacia abajo están F4, F3, F1, F5 y F2.

4.4 Medida del campo magnético

Para medir la intensidad de la componente z del campo magnético de la fuente de sputtering, se usó una punta Hall y la lectura directa se obtiene con un Gaussmetro analógico. El procedimiento consistió en colocar la fuente de sputtering en un soporte fijo y mover en un plano la punta Hall (plano x, y) para encontrar la distribución de la intensidad de campo generado por el arreglo magnético; el procedimiento se repite cambiando la altura para evaluar la intensidad en el eje de interés (z), para ambas fuentes.

4.4.2 Fuente original

Se define una altura inicial h_1 y se tiene un plano (x_1, y_1) , se mide en la dirección (y) para encontrar un máximo de intensidad B_z , con este valor, se mantiene constante esta dirección y se realiza un barrido en la dirección x , ver figura 4.12

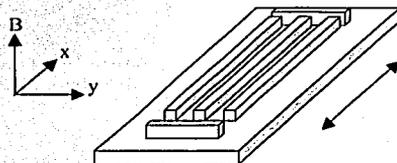


Figura 4.12
Medición de la componente B_z

La posición encontrada para el máximo en la dirección "y" se mantiene constante; para aumentar la altura h_2, h_3, \dots, h_n y medir en la dirección x , de estas mediciones se obtiene un valor medio de la intensidad del campo magnético a cada altura, en la tabla 4.4 se encuentran expresadas estas cantidades y se calcula el radio de las órbitas de los electrones próximos a la superficie del blanco.

Altura (cm)	Valor medio de B_z (Teslas)	Radio de la órbita mm
0.2	0.08922	*
1.2	0.03076	2.275
1.3	0.02800	2.499
1.4	0.02543	2.752
1.5	0.02329	3.005
	$1T=10^4$ Gauss	* afuera de la descarga

Tabla 4.4
Radio de las órbitas

El intervalo de alturas de 1.2 cm a 1.5cm, es de especial interés para evaluar el campo en la superficie del banco que es la que se encuentra expuesta a la erosión y es la región donde se tiene la mayor probabilidad de ionización del gas de trabajo Argón.

4.4.3 Fuente de campo inclinado

Como la fuente se encuentra inclinada con respecto al blanco, se define un solo plano (x, y) y una altura h (1.2cm) que corresponde al espesor del blanco. La inclinación de la fuente usada durante el experimento se repite para realizar la medida (1.1°); en la figura 4.13 se muestra la disposición de la fuente.

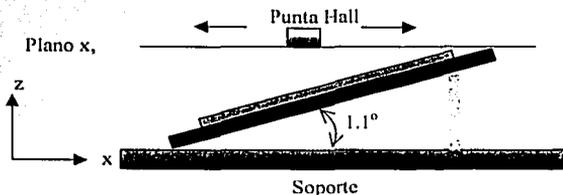


Figura 4.13
Medición del campo magnético de la fuente inclinada

La medida de la intensidad de campo magnético B_z "vista" por el sistema se realiza en la dirección x mientras que la dirección y se mantiene constante.

De las medidas del campo con esta fuente se desprende la gráfica de la Figura 4.14, que muestra una variación lineal de la intensidad del campo magnético en la dirección x , entonces el sistema de crecimiento "ve" una disminución del campo magnético en esa dirección.

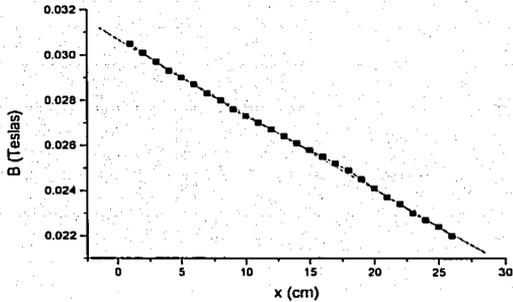


Figura 4.14
Variación del campo magnético en la dirección x

$y = mx + b$	R	SD	N
$Y = -3.31 \times 10^{-4} (\pm) 2.08 \times 10^{-6} X + 0.0307 (\pm) 3.21 \times 10^{-6}$	-0.99953	7.95×10^{-5}	26

De la regresión lineal realizada al gráfico anterior se obtiene una ecuación de recta que expresa la variación del campo en función de la dirección x, entonces se calcula el cambio en el radio de las órbitas en esta dirección, Figura 4.15

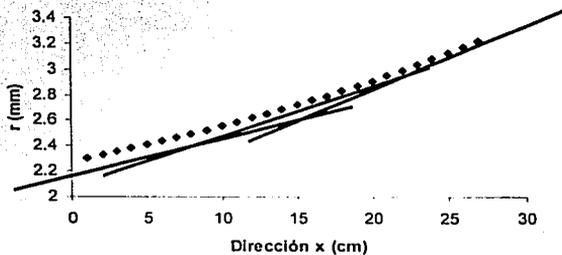


Figura 4.15
Variación del radio en función de la dirección x

La curva tiene la forma $1/x$, sin embargo, la longitud total es tres veces mayor que la longitud de la muestra (8cm), de esta forma se pueden considerar tres segmentos de la curva donde la variación del radio de la órbita en la dirección x es lineal.

Conclusiones:

De la evaluación realizada a las muestras obtenidas con la fuente original se desprende que el espesor de las películas delgadas, es uniforme, con uno porcentaje de 92.4% y 94.0% , de esta forma se puede pensar que existe una eficiencia para la fuente original que crece las películas delgadas de manera uniforme. Por otro lado al realizar el crecimiento de las películas delgadas con la fuente de campo inclinado, existe un aumento lineal en espesor para la dirección x , como se desprende de las gráficas 4.6, a 4.10, mientras que en la dirección y , se tiene un crecimiento uniforme, es decir que el espesor sólo varía en la dirección x . Del análisis de las ecuaciones de recta representativas para cada conjunto de muestras con esta fuente (Figura 4.11) se desprende que no se tiene un control en el cambio de espesor de las películas producidas. Sin embargo, la metodología descrita en el capítulo tres resulta ser propicia para el crecimiento de las películas delgadas para los fines de este trabajo. Las hipótesis generadas en el capítulo dos que proponen un cambio de eficiencias en una dirección podría desarrollar un crecimiento no uniforme de la película delgada, se tienen como válidas, considerando un aumento o disminución continuos en las eficiencias de manera lineal a lo largo de la dirección x ; La inclinación de la fuente original generó un cambio en el campo magnético de la fuente "visto" que disminuye en la dirección x por el sistema de crecimiento y podría ser la causa del cambio de las eficiencias. De esta forma el crecimiento en espesor de forma lineal en la dirección x

puede deberse a que el cambio en la intensidad del campo magnético en la misma dirección provoca una diferencia en la probabilidad de ionización, desarrollando un cambio en la corriente iónica a lo largo de la fuente, así, existe una mayor eficiencia cuando B es más intenso que cuando disminuye y esto se refleja en el crecimiento del espesor de la película delgada.

Cuando se inclina la fuente de sputtering, se tiene un margen pequeño para modificar el ángulo, esto se debe a que para una altura máxima (1.1cm) sobre la superficie del blanco, ya no se inicia la descarga gaseosa, a causa de la baja intensidad del campo magnético, sin embargo, en vez de inclinar la fuente, se podría utilizar un portasustratos cónico en lugar de uno cilíndrico para conseguir en principio el mismo efecto pero ahora sin inclinar la fuente, así, dependiendo del cono se podría tener un control del espesor de la película delgada en la dirección preferente.

Este trabajo me introdujo en una fascinante búsqueda de los mecanismos involucrados en el crecimiento y formación de las películas delgadas, así, como en el manejo de la instrumentación necesaria para su crecimiento y evaluación, ampliando el panorama y superando las expectativas que tenía antes de comenzar el proyecto. Ver este trabajo terminado me deja una gran satisfacción, por abrirme la puertas para adquirir nuevos conceptos que aunados a mi formación me dejan con una mejor confianza y una valiosa experiencia.

Literatura citada

- [1] L. Meissel and R. Glang (eds.) (1970), Handbook of thin film technology, McGraw Hill
- [2] (Brian Chapman) Glow discharge process John Wiley and Sons (1980) cap. 6
- [3] Ibidem [1] cap. 2
- [4] (R. F. Bunshah) (1994) Handbook of deposition technologies for thin films and coating second edition Noyes publications cap. 5
- [5] Ibidem [4] p. 259
- [6] Wehner, G. K. and Anderson, G. S., ibidem [1] p. 3-1.
- [7] (L. I. Maissel), 1966, Physics of thin films
- [8] Ibidem [1] cap. 1
- [9] Ibidem [4] cap. 13
- [10] Ibidem [2] p. 201
- [11] Cabrera José M., et.al., Óptica electromagnética , Addison Wesley Iberoamericana S.A. p.256
- [12] Hecht Eugene, Zajac Alfred, Óptica, Addison Wesley Iberoamericana S.A, Wilmington Delaware 1986.
- [13] (Meyer-Arendt Jurger R.), Introduction to classical and modern optics, cuarta edición, Prentice Hall a Simon and Schuster Company Englewood Cliffs, New Jersey 1995.
- [14] (Alejandro Barrera Mercado), Tesis de licenciatura "Caracterización de películas semiconductoras de silicio amorfo hidrogenado para aplicaciones fotovoltaicas, 2000, facultad de ciencias, UNAM, apéndice A1.
- [15] (Jones Childers) Contemporary college physics, Addison Wesley, cap. 19, 1993