



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

MODIFICACION Y OPTIMIZACION DE UN EQUIPO PARA LA OBTENCION DE PELICULAS DELGADAS DE FULLERENOS POR EL METODO DE SUBLIMACION TERMICA SOBRE SUPERFICIES DE SEMICONDUCTORES.

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 :

ARTURO CORONA OCAMPO



FACULTAD DE CIENCIAS
UNAM

DIRECTORA DE TESIS: DRA. ELENA GOLOVATAYA DZHYMBEEVA

2004



FACULTAD DE CIENCIAS
SECCION ESCOLAR



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

**ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA**



Arturo Corona
Ocampo
2 de Julio de 2004
J. C.

ACT. MAURICIO AGUILAR GONZÁLEZ
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la
Facultad de Ciencias
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo escrito: "Modificación y optimización de un equipo para la obtención de películas delgadas de fullerenos por el método de sublimación térmica sobre superficies de semiconductores"

realizado por Corona Ocampo Arturo

con número de cuenta 09121787-5, quien cubrió los créditos de la carrera de: Física

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis

Propietario Dra. Elena Golovataya Dzhymbeeva

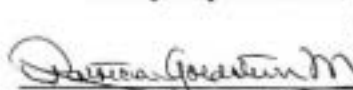
Propietario Dr. Luis Fernando Magaña Solís

Propietario Dr. Fermín Castillo Mejía

Suplente Fís. Andrés Valentín Porta Contreras

Suplente Dr. José Manuel Saniger Blesa

Consejo Departamental de


DRA. PATRICIA GOLDSTEIN-MENACHE
Coordinadora de Licenciatura

FACULTAD DE CIENCIAS
UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN AGUSTÍN DE AREQUIPA

Agradecimientos

A la *Universidad Nacional Autónoma de México* y a la *Facultad de Ciencias* por haberme dado la oportunidad de ser parte de esta institución y por la educación no solo académica sino también ética y social.

A mi asesora Dra. Elena Golovataya Dzhybeeveva por el apoyo y paciencia aportada para mi trabajo.

A mis sinodales:

Dr. Luis Fernando Magaña Solís

Dr. Fermín Castillo Mejía

Dr. José Manuel Saniger Blesa

Fis. Andrés Valentín Porta Contreras

Por el tiempo dedicado a leer este trabajo y sus comentarios.

A el Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico (CCADET) por facilitarme los espacios y los medios para desarrollar este proyecto.

Al proyecto PAPIIT- IN100402-3, que apoyó el financiamiento de este proyecto.

Al grupo de Materiales y Sensores del CCADET por sus comentarios y que siempre están dispuestos para ayudar.

A Fis. Jose Guadalupe Bañuelos Muñeton por el tiempo que me otorgo y por la ayuda de sus conocimientos en Microscopía de Fuerza Atómica (AFM).

A mi madre de la cual e aprendido con su ejemplo, que la lucha y el trabajo constante, son nuestras mejores herramientas para lograr lo que uno se proponga.

A mis hermanos Margarita, Octavio, Irma, Leticia y Rodrigo que a su manera me han apoyado cuando los necesite.

A Blanca quien me ha enseñado a valorar las cosas que tengo y por estar a mi lado.

A la banda, Yesenia, Victor, Edgar, Carlos y Eduardo porque me dieron la oportunidad de llamarlos amigos y por estar siempre que se les necesita.

A todos los profesores de la Facultad de Ciencias que tuvieron que ver con mi formación cuya enseñanzaz y conocimiento no se limitaba a las aulas.

Índice general

Resumen	iii
Introducción	iv
Descripción del contenido de la tesis	vi
Capítulo 1	
Proceso de depósito por evaporación térmica y propiedades del carbono	
1.1 Obtención de películas delgadas: Métodos y técnica	1
1.2 El método de deposición física de vapor	2
1.3 Ventajas y desventajas	2
1.4 Técnica de sublimación térmica	4
1.5 Condensación	7
1.6 Importancia del vacío en la cámara	8
1.7 Sistemas y bombas de vacío	9
1.8 Evaporadores (filamentos)	10
1.9 Termopares	12
1.10 Alótropos y propiedades del carbono	13
1.11 Obtención de películas de fullerenos	20
1.12 AFM, técnica de caracterización de la morfología	22
1.13 Espectroscopia infrarroja	25
1.14 Espectroscopia Raman	27

Capítulo 2	
Modificación del equipo	
2.1 Descripción del equipo con que se contaba.	29
2.1.1 Equipos de control de vacío.	29
2.1.2 Cámara de vacío.	31
2.1.3 Instrumentos de control.	32
2.2 Equipo modificado y cada uno de sus componentes.	33
2.3 Fabricación de los termopares y su caracterización.	35
2.4 Medidas del soporte y la cámara.	38
2.5 Manual para crecer películas.	39
Capítulo 3	
Resultados y Discusión	
3.1 Control de temperatura.	43
3.2 Espectros Raman e Infrarrojo.	44
3.3 Análisis por AFM.	46
Conclusiones	51
Referencias	53

Resumen.

Con la necesidad de asegurar un mayor control de las películas depositadas por la técnica de evaporación, se diseñó y construyó un portasubstratos alternativo a la cámara de evaporación, con que se cuenta en el laboratorio, que permite tener una mayor reproducibilidad de las películas formadas y mejor manejo de los parámetros involucrados como son: temperatura del sustrato, ángulo del sustrato, distancia del sustrato al filamento.

La técnica de evaporación, consiste básicamente en calentar un filamento en el que se encuentra el material a depositar, de forma tal que al aumentar la temperatura, éste se evapora depositándose en el sustrato. La calidad de la película así formada dependerá además de los parámetros ya mencionados, de la temperatura del filamento, el material a evaporar (en este trabajo se utilizó fullereno C_{60}), el tipo de sustrato, así como la morfología superficial [11]. Es importante mencionar que todo esto se encuentra colocado en una cámara al vacío, que como veremos más adelante, es una característica importante de esta técnica de depósito [12].

En este trabajo se usaron superficies semiconductoras de Si, InP, en las cuales se depositaron películas de fullerenos (C_{60}) y usando la técnica de microscopía de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés) se pudo observar la morfología de las películas, lo cual da información de que, al poder controlar los parámetros de crecimiento de las películas, se puede tener a su vez un mayor control de su morfología para sus posibles aplicaciones. Además se obtuvieron los espectros de infrarrojo y Raman que son técnicas que indican la calidad y la limpieza de las películas así depositadas.

Introducción.

En la actualidad la combinación de materiales semiconductores con compuestos orgánicos, tiene un creciente interés por la variedad de sus aplicaciones y porque puede ser uno de los pilares para el desarrollo de la electrónica molecular.

El descubrimiento de los fullerenos C_{60} [1] seguido del desarrollo de los métodos para su producción en grandes cantidades, [2] despertó un gran interés en la comunidad científica por realizar diversas investigaciones sobre estas nuevas estructuras del carbono [3]. Como resultado de la extensa investigación de las propiedades físico-químicas que tienen estas nuevas formas de carbono, se vislumbra una enorme gama de aplicaciones potenciales en los campos de la superconductividad, magnetismo, fotoconductividad y óptica no-lineal. Adicionalmente, como miembro de la familia de los semiconductores, los fullerenos abren amplias posibilidades para la creación de una nueva generación de dispositivos electrónicos.

Para entender la naturaleza de los fullerenos y sus derivados, se hace necesario investigar con sumo detalle los depósitos de películas delgadas de los mismos, incluyendo su caracterización física y estructural, así como la técnica que se emplea para el depósito[4,5]. Es justo mencionar que en los últimos años las técnicas de depósito para obtener películas de fullerenos de alta calidad han mejorado de manera notoria, pero aún persisten fenómenos nuevos no estudiados, relacionados con las interacciones que se presentan en el sistema substrato- C_{60} .

Considerando las características semiconductoras del C_{60} , es importante estudiar las interacciones que presenta cuando se deposita sobre superficies de otros semiconductores, con vistas a sus posibles aplicaciones en el desarrollo de dispositivos electrónicos. Varios autores [6, 7, 8] han crecido previamente películas delgadas de C_{60} sobre superficies semiconductoras como GaAs(100), (110), (111), GeS [9], KBr [10] por diferentes técnicas.

El objetivo en este trabajo es presentar la modificación de un equipo de sublimación térmica para obtener depósitos controlados de películas, probándolo con películas de fullerenos sobre semiconductores como Si, InP, dado el interés que a despertado en los

últimos años y con esto contar con un equipo más para la preparación de estructuras que permitan a su vez promover el estudio de las propiedades de estos materiales. El contenido de esta tesis abarca los estudios de morfología de las películas y espesor así como de la interacción sustrato-C₆₀ llevados a cabo mediante el uso de microscopía de fuerza atómica (AFM), espectroscopia infrarroja (IR, Raman).

En el presente trabajo se realizan las primeras pruebas de películas de fullerenos que sirven para:

- Evidencia de que el equipo con las modificaciones realizadas permite el crecimiento de películas delgadas.
- Confirmar que la modificación de las condiciones de depósito afectan las características de las películas.

DESCRIPCION

Y CONTENIDO DE LA TESIS

Esta tesis está dividida en tres capítulos. En el capítulo 1 se discuten los mecanismos y modelos físicos involucrados en el proceso de depósitos de películas delgadas por evaporación térmica. Así como las propiedades del carbono y sus formas alotrópicas, además la importancia de las bombas de vacío. Se exponen: el proceso que ocurre cuando el filamento calienta el material a depositar y las condiciones mínimas necesarias para que se logre la evaporación del material.

El capítulo 2 contiene, la descripción del equipo con que se contaba en el laboratorio así como las modificaciones que se le hicieron a éste, el soporte principalmente y la forma de cómo se hicieron los termopares y su caracterización por último, también incluye un manual que indica las precauciones y parámetros que hay que tomar en cuenta para la realización de un depósito.

En el capítulo 3 se reportan los resultados experimentales, se presenta el análisis por Espectroscopia Infrarroja, Raman y Microscopia de Fuerza Atómica de las películas de Fullerenos C_{60} depositadas sobre los sustratos semiconductores.

Finalmente se presentan las conclusiones particulares y generales derivadas de este trabajo.

Capítulo 1

Proceso de depósito de películas por evaporación térmica y propiedades del carbono.

1.1 Obtención de películas delgadas: Métodos, Técnica.

El término delgado se aplica para definir el espesor de las capas comprendidas dentro de un intervalo de 5 Å hasta 1 μm. Para los fines de este trabajo, se denominará como película delgada toda capa depositada con espesor menor o igual a 1 μm [13].

El desarrollo de películas delgadas tiene más de 90 años, durante los cuales los métodos de depósito que más se han trabajado son tanto el de evaporación como el de “sputtering”. Por otro lado, el desarrollo tecnológico ha avanzado enormemente en la búsqueda de tener un mejor control en la elaboración de películas, tanto en su espesor como en su uniformidad. De tal manera que existe una variedad de métodos para el depósito de películas delgadas, pero no todos son capaces de depositar todo tipo de materiales y algunos métodos requieren de más tiempo para la elaboración de éstas [3,11]. Esto es un factor muy importante, sin menospreciar la calidad de la película, en diferentes áreas de la industria y las ciencias, tales como la optoelectrónica, microelectrónica, recubrimientos de productos mecánicos, preparación de componentes en semiconductores y aislantes, así como recubrimientos de espejos para telescopios por mencionar algunos ejemplos. Por tanto el tiempo de elaboración de una película delgada resulta ser tanto de importancia estratégica como económica [14,15,16].

Los métodos existentes para la elaboración de películas delgadas, se pueden clasificar en dos grandes grupos. Los que involucran procesos químicos y los que involucran métodos físicos [11]. En ambos grupos se tiene una gran variedad de técnicas de elaboración de tal forma que para describir cada una de ellas, por un lado se requiere de mucho tiempo, y por otro, queda fuera del objetivo del presente trabajo.

1.2 El método de deposición física de vapor (Physical Vapor Deposition, PVD).

El proceso de PVD involucra la creación de una fase de vapor a través de:

1. Evaporación
2. Sputtering
3. Ablación iónica

Durante el transporte, los componentes de la fase de vapor sufren ionizaciones y colisiones y subsecuentemente se condensan en el sustrato en donde ocurre la nucleación y el crecimiento que dan lugar a la formación de películas. Los principios del proceso de PVD se resumen en la figura 1.

1.3 Ventajas y desventajas.

Ventajas:

El vacío que se usa en el proceso de PVD, proporciona la habilidad de reducir la contaminación por vapor/gas a un nivel muy bajo. Por lo tanto, se pueden producir películas o polvos ultradelgados por medio de métodos de PVD. Durante la fabricación de polvos de tamaño nanométrico el polvo puede colectarse y compactarse en tiempo real en grandes cantidades de material con un alto grado de limpieza.

PVD es un método de deposición atómico que provee un buen control estructural en el caso de un buen monitoreo de las condiciones del proceso. Por otra parte, los materiales así depositados son en alto grado monocristalinos por naturaleza y no

requieren un pulverizado adicional para reducir el tamaño de partícula, o tratamiento térmico para fundir los productos.



Figura 1. Diagrama de flujo para PVD, se esquematizan los diferentes métodos de depósito dentro de los procesos puramente físicos [11].

Desventajas:

El proceso de depósito necesita operarse en intervalos bajos de presión de vapor, por lo que se requiere un sistema de vacío, el cual incrementa la complejidad del equipo de depósito y el costo de producción.

La síntesis de materiales de muchos componentes es difícil, excepto el método de ablación láser. Esto es, porque diferentes materiales necesitan diferentes temperaturas de evaporación o intervalos de erosión para sputtering. Muchos materiales complejos parcialmente disociados en vaporización térmica, producen depósitos de una sola estequiometría. Por otro lado, materiales de muy baja estequiometría son benéficos para

aplicaciones relacionadas con defectos, como puede ser en sensores, celdas de combustible, reactores de membrana de cerámicos, etc.

PVD es un proceso de depósito unidireccional, lo que causa dificultad en la producción de películas monocristalinas sobre componentes de formas complejas y tiene una baja cobertura superficial.

Aplicaciones.

Cabe mencionar que hoy en día PVD cubre un gran intervalo de aplicaciones comerciales que incluyen el depósito de varios metales en aleación, y componentes en forma de recubrimientos y películas [11], para:

- a) Óptica: recubrimientos antirreflejantes.
- b) Electrónica: contactos metálicos.
- c) Mecánica: recubrimientos duros sobre herramientas y
- d) Recubrimientos protectores contra oxidación, corrosión, etc.

1.4 Técnica de sublimación térmica.

En el presente trabajo utilizamos la técnica de sublimación térmica, la cual consiste en lo siguiente. Los materiales sólidos cuando se calientan a una temperatura muy alta, alcanzan su punto de evaporación, condensando el vapor sobre un sustrato, generando de esta manera películas [11,12].

En el proceso de evaporación, el material a depositar pasa a su fase vapor por el calentamiento de una fuente, a una temperatura tal, que la presión de vapor excede significativamente la presión ambiente de la cámara en vacío y se produce suficiente vapor de material para el depósito. El proceso se realiza en alto vacío del orden de 10^{-4} a 10^{-5} Pa (10^{-6} a 10^{-7} torr). El calentamiento directo de las resistencias se usa para producir

depósitos a muy alta presión de vapor de los materiales, o para producir recubrimientos muy delgados. El calentamiento directo y el inducido sobre las resistencias, se usan para producir recubrimientos gruesos y depósitos con presiones de vapor intermedias. Para depositar sustancias refractarias, o alcanzar altas razones de evaporación para depositar capas gruesas, se requiere de métodos de calentamiento de alta potencia, tales como haz de electrones y fuentes de calentamiento por radiación.

Los substratos se montan arriba de la fuente, en una posición que expone la superficie del substrato a ser cubierta por el vapor del material. Para lograr mejores resultados, los substratos podrían estar en movimiento continuo para obtener depósitos más uniformes sobre estos, debido a que el flujo de vapor de la fuente es direccional y localizado.

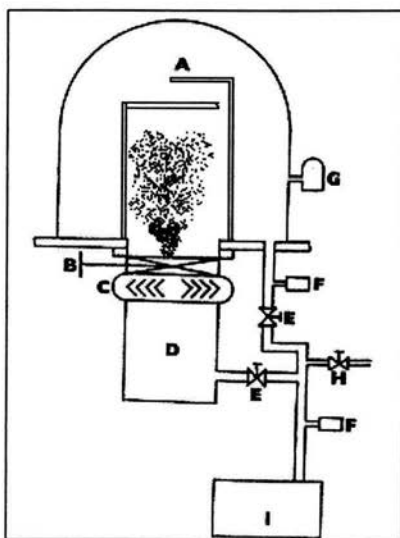


Figura 2. Esquema de un sistema de vacío de transferencia de gas, (A) cámara de vacío, (B) válvula de alto vacío, (C) trampa fría, (D) bomba turbomolecular, (E) válvulas de bajo vacío, (F) medidores de bajo vacío, (G) medidor de alto vacío, (H) válvula de admisión de aire, (I) bomba mecánica..

El proceso básico de evaporación se muestra en la figura 2, las fuentes generalmente se hacen de metales de elevado punto de fusión como son W, Ta y Mo, estos se hacen generalmente en forma de serpentín, canasta, bote o diseños de formas especiales para propósitos específicos. Los materiales a evaporarse pueden estar en forma de alambre, hoja, polvo o granulados, un calentamiento intenso se usa para vaporizar la fuente de un estado sólido a un estado de vapor, este calor se proporciona por medio de resistencia, inducción, arco, haz de electrones o láser que proveen varios métodos de evaporación para cada uno de estos [12].

Los requerimientos del proceso que necesitan considerarse son: la compatibilidad del evaporante, su poder y su disponibilidad. La compatibilidad del evaporante parece ser la más difícil de conseguir ya que muchos evaporantes importantes disuelven los recipientes metálicos. La presión del vacío debe de ser suficientemente baja ($<10^{-4}$ torr), lo que implica que el camino libre medio que las moléculas enfrentan es grande, esto es que los átomos evaporados viajan esencialmente en línea recta desde la fuente hasta el sustrato sin colisiones, esta relación puede escribirse como:

$$\lambda = \left(\frac{1}{\sqrt{2}\sigma} \right) \left(\frac{kT}{P} \right)$$

en donde σ es el área efectiva de colisión, T la temperatura y P la presión del gas [11,12].

Las ventajas de evaporación además de las arriba mencionadas, son las siguientes:

1. El material a evaporar puede ser de cualquier forma y pureza.

-
2. Los gases y vapores residuales en el ambiente de vacío se monitorean fácilmente.
 3. La tasa de vaporización es alta.
 4. La dirección fija de la trayectoria y la localización de la fuente permiten el depósito sobre áreas definidas.
 5. El costo del material a evaporar es mucho menor que el utilizado en sputtering para el mismo material.

Una limitante del método de evaporación, es la utilización de material pobre en el aspecto de que muchos materiales compuestos se disocian parcialmente en la vaporización térmica produciendo depósitos no estequiométricos.

1.5 Condensación.

El fenómeno de condensación juega un papel muy importante en la formación de películas. Los átomos del material a depositar golpean con el soporte y luego pueden condensar o reflejar. Cada compuesto tiene una temperatura (T) crítica del sustrato arriba de la cual ellos se reflejan y por abajo se condensan. Esta T depende de la naturaleza del material, la naturaleza del sustrato, la limpieza del sustrato y la velocidad de evaporación [13].

Los átomos del material se evaporan y golpean con la superficie del sustrato, se quedan allí un tiempo durante su movimiento sobre ella pueden evaporarse nuevamente del soporte o encontrar otros átomos y formar los vapores estables que serán los futuros centros de condensación. La probabilidad del último (encuentro y formación de los centros) aumenta con la densidad del haz de átomos.

En la formación de los centros de condensación juegan un papel importante las trampas energéticas que existen sobre la superficie del sustrato así como las cargas eléctricas positivas (generalmente) que se forman después de la limpieza.

Al principio la película consiste en las islas separadas, centros de condensación, los cuales atraen las moléculas depositándose. Estos centros pueden unirse uno con otro

(como gotas) las películas policristalinas finalmente tienen granos (cristales pequeños). La película finalmente forma granos grandes. Existen poros entre los centros unidos y que provocan la concentración alta de las dislocaciones. Es obvio que la película hasta su completa formación (la unión de todas las islas) no tendrá las propiedades físicas del material en bloque. [17]

1.6 Importancia del vacío en la cámara.

Prácticamente todos los depósitos de películas delgadas y métodos de tratamiento, lo mismo que las técnicas empleadas para caracterizar y medir las propiedades de películas, requieren de un vacío o alguna reducción de la presión ambiente. Por esta razón se discuten aquí, algunos aspectos relevantes de la ciencia y tecnología del vacío. De manera condensada podemos ver en la figura 3 los efectos de la presión en la densidad del gas, camino libre medio, número de choques y el tiempo de formación de las monocapas o películas [12].

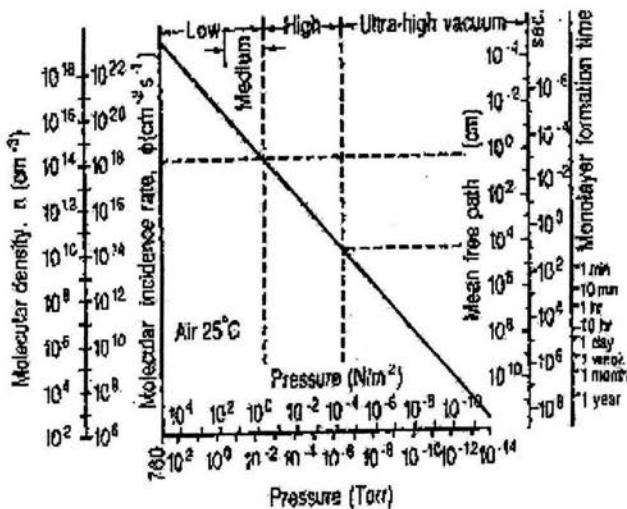


Figura 3. La densidad molecular, tasa de depósito, camino libre medio, tiempo de formación de la monocapa como función de la presión. [12, Pág. 55].

1.7 Sistemas y bombas de vacío.

Los sistemas de vacío empleados para el depósito y caracterización de películas contienen una variedad de bombas, tuberías, válvulas y medidores, necesarios para disminuir la presión. De estos componentes las bombas son generalmente las más importantes. Las bombas de vacío pueden dividirse en dos categorías: bombas de transferencia de gas y bombas de trampa. Las bombas de transferencia de gas remueven el gas molecular del volumen y lo descargan al ambiente en uno o más procesos de compresión. Las bombas de trampa condensan o atrapan químicamente a las moléculas en las paredes internas de la bomba misma. En contraste las bombas de transferencia de gas, remueven permanentemente el gas del interior de la cámara, algunas bombas de trampa son reversibles, es decir pueden regresar las moléculas al interior de la cámara mediante un calentamiento [12].

Las bombas de transferencia de gas pueden subdividirse en desplazamiento positivo y bombas de vacío cinéticas. Las bombas rotatorias mecánicas y bombas de arranque son ejemplos de bombas de desplazamiento – positivo. Difusión y turbomolecular son ejemplos de bombas de vacío cinéticos. Las bombas pueden usarse solas, por separado o en combinación de una variedad de configuraciones de sistemas de bombeo.

El nivel de vacío afecta la calidad de las películas, el vacío bajo hace que las moléculas del material choquen con las moléculas de los gases residuales y pierdan su energía cinética, cambien su dirección de movimiento y provoquen que la película sea amorfa; en general estos gases residuales provocan la contaminación de la película; algunas precauciones que se deben tomar en cuenta para disminuir la cantidad de contaminante dentro de la cámara:

1. Aumentando el vacío, es claro que disminuyendo la cantidad de partículas contaminantes en la cámara estas influirán menos en las películas promoviendo a su vez que estas sea más homogéneas.

-
-
2. Aumentando la velocidad del depósito, esto se refiere a aumentar la velocidad cinética de las moléculas del material que se va a depositar y esto se logra aumentando la temperatura del filamento.
 3. Disminuyendo el tiempo de indecisión, esto se refiere al tiempo de exposición del sustrato y a la separación del sustrato y el filamento.

En los sistemas de vacío también son muy importantes las trampas colocadas entre las bombas y la cámara para evitar la difusión inversa de vapores de líquido de la bomba (aceite), cuando el flujo de las moléculas encuentra la superficie fría se condensa, las mas comunes son las de enfriamiento por nitrógeno líquido, pero tal trampa provoca que se acabe el aceite, así que necesitamos otra trampa de enfriamiento por agua, entonces la mayoría de vapores se condensa y se regresa nuevamente a la bomba.

1.8 Evaporadores (filamentos).

Fuentes de evaporación

Principalmente los elementos metálicos, semiconductores, compuestos y varias aleaciones pueden evaporarse directamente en el vacío. Las principales dificultades asociadas con los sistemas de evaporación de materiales son:

- Disociación de óxidos, halogenuros y aleaciones, bajo las condiciones requeridas para la evaporación.
- Reacción con materiales contaminantes.
- Toxicidad del evaporante.
- Desgasificación y solidez de la fuente del material.

Las fuentes de evaporación son dispositivos de apoyo, usados como contenedores en la evaporación de materiales. La fuente debe de ser capaz de calentar al evaporante, a una temperatura suficiente para asegurar la evaporación. El contenedor debe de tener

velocidades de evaporación y presión de vapor insignificante, para evitar la contaminación de la película depositada. La combinación de los contenedores y del evaporante puede disminuir drásticamente, la velocidad de evaporación y contaminar el depósito. Las reacciones químicas entre los compuestos y el contenedor, tienden a producir contaminantes volátiles en la película depositada [11].

Los evaporadores más sencillos, son las resistencias en forma de alambre y las hojas metálicas. Varios tipos de evaporadores se ilustran en la figura 4. Estos generalmente se construyen con materiales refractarios tales como tungsteno, molibdeno y tantalio. El filamento tiene dos funciones: calentar y soportar el material a evaporar. Los filamentos calentadores se hacen de alambre con multifilamentos, usualmente de 0.5 a 1.5 mm de diámetro individual. Estas fuentes dependen de la cantidad de humedad del evaporante que cubre al alambre para poder incrementar el área de evaporación. Los materiales usados para los filamentos se determinan por dicha cantidad de humedad, las características del evaporante y la temperatura de evaporación. Una canasta puede usarse si el evaporante no humedece fácilmente al filamento y si se requiere un gran flujo de densidad. Las canastillas se usan también para evaporar comprimidos [12].

Fuentes de evaporación de varios tipos geométricos y tamaños, pueden construirse u obtenerse comercialmente con facilidad. Las hojas metálicas de 0.1 a 0.04 mm de espesor, tienen capacidad para pocos gramos y se emplean para evaporación a pequeña escala. La energía requerida para estas fuentes es modesta, usualmente entre, 1 y 3 W. Casi todos los elementos excepto para los refractarios pueden evaporarse en pequeñas cantidades usando estas fuentes.

La limpieza de los distintos elementos dentro de la cámara, afecta la calidad del vacío, así como el material de que estén fabricados; por eso deben utilizarse materiales con un punto de ebullición alto y materiales resistentes a altas temperaturas, para las conexiones por ejemplo se utilizaron recubrimientos cerámicos además de tomarse en cuenta que el filamento debe ser de un material que no reaccione con el material a

depositar y cuya temperatura de evaporación sea mucho mayor que la de este, son muy comunes los filamentos de cinta Tantalio que son menos frágiles que los de Wolframio, que se calientan directamente por resistividad.

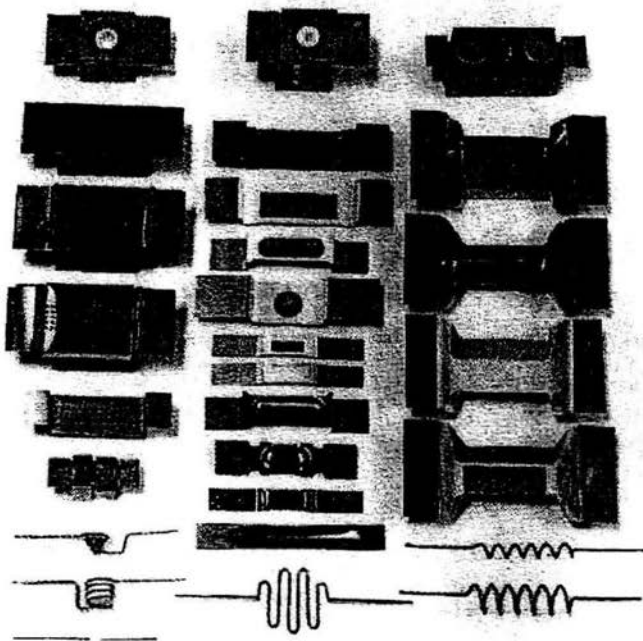


Figura 4. Diferentes filamentos utilizados para los distintos tipos de materiales.

1.9 Termopares.

Un transductor es un dispositivo que convierte la información de la forma en que se presenta (óptica, térmica, mecánica, etc.) a forma eléctrica. En este trabajo se usarán los llamados termopares, son dispositivos que permiten medir la temperatura de una

región asociándola con una diferencia de voltaje. Este gradiente de potencial termoeléctrico es proporcional al gradiente de temperatura y varía de metal a metal. Es por esto que la fuerza electromotriz es diferente en diferentes metales y aleaciones para el mismo gradiente de temperatura [18].

Los termopares se forman por la unión de dos alambres de materiales o aleaciones diferentes, que generan una diferencia de voltaje, el cual varía al cambiar la temperatura y es este cambio el que se utiliza para construir el termómetro, el circuito básico de un termopar se muestra en la figura 5.

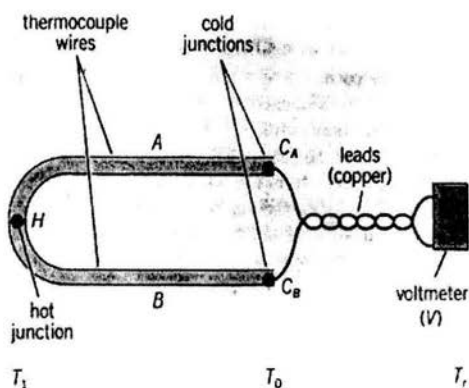


Figura 5. Esquema del termopar.

1.10 Alótropos y propiedades del carbono.

El carbono es el elemento más ligero del grupo IV de la tabla periódica y es un elemento con propiedades únicas. Los demás elementos del grupo Si, Ge y Sn, forman sólidos con enlaces de orbitales sp^3 mientras que el carbono es capaz de formar enlaces con orbitales híbridos sp^1 , sp^2 y sp^3 lo que explica la existencia de varios tipos de formas alotrópicas del carbono. El carbono resulta tan versátil que tiene una rama de la química para el solo, la Química Orgánica, sin embargo su estudio en la química inorgánica nunca ha sido menospreciada debido a las inusuales propiedades que posee.

Las diferentes formas alotrópicas [3], del carbono se utilizan comercialmente debido a sus propiedades eléctricas, térmicas, químicas y mecánicas. El carbono especialmente en su forma de grafito, se utiliza por ejemplo, para electrodos, equipo de soldadura, elementos resistivos y para la fabricación de acero. Además debido a su resistencia a altas temperaturas se utiliza para hacer moldes, intercambiadores de calor y otros equipos que deben trabajar a alta temperatura. Entre sus aplicaciones mecánicas se encuentra la de lubricante, su uso para sellos y empaques, como refuerzo en matrices de plástico para lograr composites de alta resistencia y bajo peso necesarios en la industria aeronáutica y espacial. Algunas de las diferentes formas alotrópicas que adopta el carbono son:

Carbono amorfo: Esta formado por una red de átomos de carbono altamente desordenados, predominantemente con enlaces de orbitales sp^2 .

Grafito: La estructura ideal del grafito consiste en varias capas superpuestas de átomos de carbono que forman un arreglo abierto de hexágonos consecutivos semejante a un panal. En condiciones ambientales normales, la forma de grafito con fuertes enlaces en sus orbitales sp^2 , es la fase más estable. El grafito es el material más rígido (tiene el módulo elástico más alto). Se dice que el grafito presenta anisotropía ya que en la dirección del plano tiene ciertas propiedades, mientras que en la dirección que lo atraviesa tiene otras. Las propiedades singulares del grafito, rigidez y alta conductividad eléctrica solo se presentan en el plano. En la figura 6 se observa un esquema de tres planos hexagonales indicando la superposición de estos. Entre los planos se ejercen fuerzas de atracción de Van der Waals que mantienen la cohesión entre las capas.

Whiskers de carbono: Estos son materiales que están formados por una hoja o capa monoatómica de grafito enrollada sobre si misma. Se forman por una descarga de arco entre dos electrodos de carbono.

Fibra de carbono: Es el resultado del crecimiento fibroso de carbón con enlaces entre orbitales sp^2 , esto resulta de una barra cilíndrica, siendo mayor su longitud que su diámetro. A lo largo de su eje longitudinal las propiedades mecánicas son similares a las del grafito, por lo cual presenta una gran rigidez lo que permite usarse como soporte para composites. Su estructura y propiedades varían dependiendo de la forma en que se produjo, puede formarse a partir de polímeros o bien por una técnica de deposición química en fase de vapor.

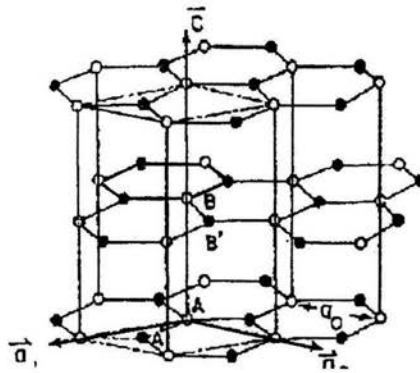


Figura 6. Estructura del grafito.

Diamante: La estructura del diamante como se muestra en la figura 8, tiene la singularidad de que cada átomo de carbono está rodeado por otros cuatro átomos de carbono, situados en las aristas de un tetraedro regular. El diamante es altamente simétrico en el espacio, teniendo además la más alta densidad atómica de todos los sólidos. El diamante es el material más duro de todos (el que menos se deforma) y junto con el grafito presenta la más alta conductividad térmica y el punto de fisión más alto.

Fullerenos: Recientemente se han descubierto formas del carbono que son totalmente diferentes a las descritas anteriormente: **los fullerenos**. Estas estructuras cerradas de

carbono asemejan a una esfera poligonal compuesta por hexágonos y pentágonos conformada por varios átomos de carbono.

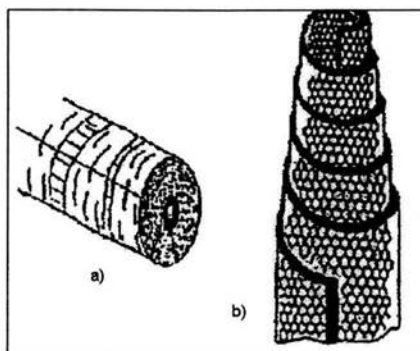


Figura 7. a) Fibras de carbón, b) un whisker.

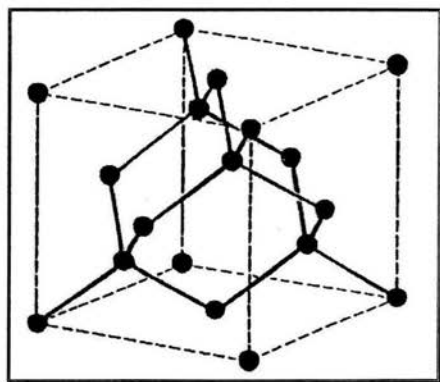


Figura 8. Estructura del diamante.

Estas moléculas fueron descubiertas en 1985 por Kroto y Smalley [1], siendo acreedores al premio Nóbel por su descubrimiento. A realizar experimentos para lograr

partículas muy pequeñas de los elementos por medio de un láser, se observó que para el carbono existía una molécula de peso molecular 720, el fullereno más pequeño y más representativo de esta nueva clase de moléculas de carbono, llamado *buckminster fullerene* o también *buckyball* o *futboleno* (por su semejanza con un balón de fútbol) figura 9.

Existen además del C_{60} otras estructuras del carbono con pesos moleculares mayores como son C_{70} , C_{80} , C_{140} por mencionar algunos [19].

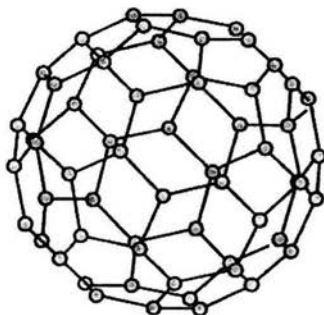


Figura 9. Estructura de fullereno C_{60} , se muestra claramente su alta simetría.

El fullereno C_{60} es una molécula que consta de 60 átomos de carbono los cuales forman 12 pentágonos y 20 hexágonos. La forma de esta molécula se asemeja a una pelota de fútbol. La propiedad más importante de la molécula C_{60} es su alta simetría que pertenece al grupo icosaedral.

Las esferas de fullerenos tienen diámetro de 7-15 Å, el cual es de 6 a 10 veces el tamaño de un átomo típico. A nivel atómico son enormes, pero en realidad son pequeñas en comparación con muchas moléculas orgánicas. Los fullerenos son bastante estables: para destruirlos se necesitan temperaturas mayores de 1000°C [20, 21, 22,]. A

temperaturas más bajas los fullerenos se subliman sin destrucción de las esferas. Esta propiedad se utiliza en el crecimiento de cristales y películas finas de fullerenos.

Se ha observado que las moléculas de C_{60} se combinan formando un sólido cristalino con propiedades interesantes. Arriba de -13°C las moléculas rotan libremente en sus posiciones cristalinas, por eso parecen esferas lisas. A temperaturas más bajas estas comienzan a fijarse en orientaciones definidas. Debajo de -183°C , las esferas se tornan completamente inmóviles. Algunos aspectos de este proceso de enfriamiento todavía no están muy claros [23].

Químicamente la molécula C_{60} es un aceptor de electrones y forma fácilmente compuestos con átomos donadores de electrones. Una combinación obvia es la molécula C_{60} y un metal alcalino. Al exponer las moléculas C_{60} a la luz ultravioleta intensa, se polimerizan formando enlaces entre las esferas cercanas. El hecho de que la molécula cambie sus propiedades al exponerse a la luz la hace fotosensible. Por lo anterior los fullerenos se utilizan como sensores en algunos procesos fotográficos.

A diferencia tanto del translucido diamante como el negro grafito, los fullerenos poseen atractivos y variados colores. El C_{60} en películas delgadas es de color mostaza, mientras que en estado sólido es negro y sus disoluciones en hidrocarburos aromáticos (como el benceno) son de color magenta y violeta. El C_{70} en estado sólido es gris oscuro, pero sus películas delgadas son de café-rojizo y sus disoluciones son de color rojo. Por su parte por mencionarlos el C_{76} , el C_{78} y el C_{84} en disolución son amarillos [3].

Nanotubos: Los nanotubos de carbono son fullerenos de forma tubular con diámetros de 1 nm. – 20 nm. Y varias micras de longitud. Pueden tener una sola capa en su pared, monopared (SWNT por sus siglas en inglés) o varias capas, multipared o MWNT (por sus siglas en inglés). Estos últimos son en realidad muchos tubos monopared que se encuentran uno dentro de otro. La pared del tubo semeja una hoja de grafito (arreglo hexagonal) que se dobla formando un cilindro. Los extremos de la mayoría de los nanotubos de carbono se encuentran cerrados por medias esferas con estructura similar al C_{60} , aunque no siempre son regulares como puede verse en las figuras 10 y 11[3].

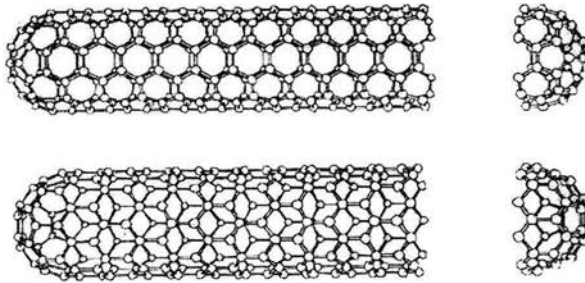


Figura 10. Nanotubos de carbono.

La presencia de pentágonos en los extremos del tubo provoca que este se cierre. Para un tubo monopared las tapas serían esféricas como la mitad de un fullereno. Para los tubos multipared existen varias morfologías para las tapas, las más comunes son la recta y la cónica.

También existen otros tipos de defectos que son los heptagonales. Estos provocan también una curva pero en sentido contrario a los pentágonos (curvatura negativa). Si los pentágonos cierran el nanotubo los heptágonos lo que logran es abrirlo en forma de embudo. Se puede decir que con la combinación de ambos defectos podemos crear casi cualquier estructura en 3D.

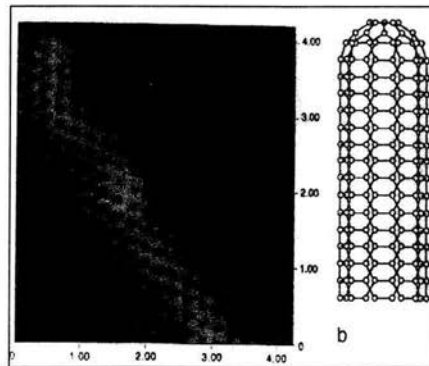


Figura 11 Fotografía obtenida por STM de un nanotubo de carbono.

1.11 Obtención de películas de fullerenos.

El enlace de los fullerenos con algunos sustratos puede ser fuerte o débil dependiendo de la tendencia de la función de trabajo, como puede ser la de algunos semiconductores, que tienen una función de trabajo baja. Dada la brecha entre la banda de valencia ocupada y la banda de conducción vacía en los semiconductores, se necesita una energía mayor para remover a un electrón del estado de mayor energía ocupado al siguiente nivel, que la necesaria en un metal. Por lo anterior, se puede esperar que la carga sea más fácilmente transferida entre un fullereno y el sustrato en el caso de metales, obteniendo como consecuencia que los fullerenos se enlacen más fuertemente a metales que a semiconductores y en menor medida a superficies aislantes. Este argumento simple es aplicable en general a interacciones reales de C_{60} con sustratos, excepto en los casos en que el semiconductor tiene una alta densidad de enlaces en la superficie como lo pueden ser las superficies de Si (111) y Si (100). El enlace del C_{60} con óxidos como pueden ser SiO_2 y zafiro ($\alpha-Al_2O_3$) es débil mientras que en metales como Al, Ag (111) y Cu (111) es fuerte. Las pruebas que dan más información sobre este tema han sido la microscopía de barrido por tunelaje (STM) y la desorción programada de temperatura.

La temperatura juega un papel muy importante en el crecimiento de películas sobre superficies de semiconductores, las bajas temperaturas favorecen el crecimiento proporcional epitaxial de tamaño de grano pequeño en casos en donde el enlace es fuerte por lo que puede ocurrir un ordenamiento sobre la red base. Tales granos, además, se acompañan por una gran tensión que es relevante para la formación de un gran número de defectos sobre la capa. Debido a la difusión en el desarrollo de la superficie, las altas temperaturas favorecen un crecimiento que muestra una gran perfección estructural sobre capas no proporcionadas, un ejemplo de esto es la formación a temperaturas elevadas (470 K) de defectos libres de C_{60} casi no proporcionados sobre GaAs (110) [24]. Ya que la sublimación de moléculas de C_{60}

desde ciertas superficies se vuelve apreciable dentro del intervalo de temperaturas de 300-500° C o menores; para algunos sustratos el crecimiento de películas se lleva a cabo a temperaturas por debajo de donde la sublimación está definida.

Se sabe que una gran variedad de sustratos se han usado para depósitos de C_{60} y muchos de estos se han investigados por STM [25] incluyendo Si (111), GaAs (110), GeS (001), zafiro, Au (111), Au (100), Cu (111), CaF_2 (111), mica etc. Para superficies de metales nobles Cu, Ag y Al, la magnitud de la interacción del sustrato de C_{60} se encuentra entre el enlace débil de la superficie de GaAs y el enlace fuerte de la superficie de Si, la mayoría de los estudios de C_{60} sobre la red fcc de la superficie de los metales nobles han sido sobre la dirección (111) ya que estos tienen un mayor empaquetamiento. Para estas superficies metálicas, la incidencia de moléculas de C_{60} pero una vez que la molécula de C_{60} se enlaza con la superficie metálica la molécula de C_{60} está fija hasta alrededor de los 500° C. Para superficies de metales nobles, el crecimiento de películas tiene una fuerte dependencia con el sitio de adsorción y las condiciones del crecimiento [3].

Para sustratos de GaAs (110), los estudios por STM muestran que la adsorción de C_{60} ocurre inicialmente en superficies escalonadas y dado el gran número de estructuras no equivalentes formadas a 300 K, se observa una estructura superficial compleja, a 470 K una primera capa uniforme se forma seguida por un crecimiento favorecido termodinámicamente en la dirección (111). Superficies suaves y bien ordenadas se protegieron de la contaminación de potasio de C_{60} a K_3C_{60} , las superficies de las muestras? contaminadas, con K_3C_{60} parecen ser conductoras basados en medidas de I-V y se encontró que el orden de la superficie era consistente con potasio en sitios tetraedrales y octaedrales, la ausencia de potasio en análisis por STM da evidencia de la transferencia completa de carga en K_3C_{60} , la incorporación de potasio eventualmente permite, una sobre capa no metálica con mucho desorden consecuencia de la transformación de la estructura cristalina de fcc a bcc y a una elevada densidad de fronteras de grano y defectos [24].

1.12 Microscopia de Fuerza Atómica (AFM). Como técnica de caracterización de la morfología de las películas delgadas.

El microscopio de fuerza atómica AFM, es una herramienta de rutina en la caracterización de la superficie de sólidos. Cualquiera que sea el origen, todos los microscopios de fuerza atómica cuentan con los siguientes componentes como se ve en la figura 12:

1. Una punta muy aguda montada sobre un cantilever (o lámina) de constante de restitución pequeña.
2. Una manera de medir la deflexión de la lámina.
3. Un sistema de retroalimentación para monitorear y controlar la deflexión (y por lo tanto la fuerza de interacción).
4. Un sistema mecánico de barrido (usualmente un piezoeléctrico), que mueve la punta sobre la muestra o a la inversa, la muestra respecto a la punta y
5. Un sistema de despliegue visual, que convierte los datos medidos en una imagen.

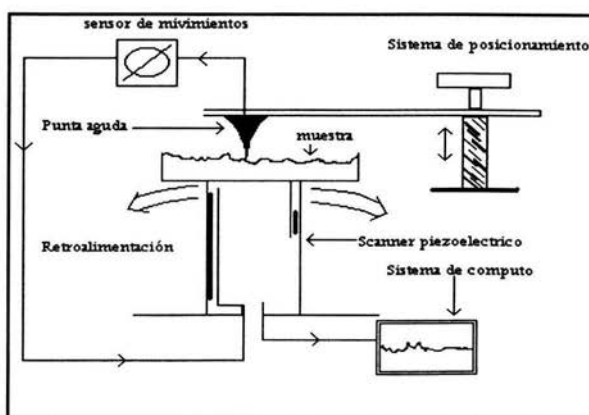


Figura 12. Esquema del microscopio de prueba SPM.

Los microscopios de fuerza atómica analizan la superficie de la muestra con una punta muy aguda, de un par de micras de largo y menor a 10nm de diámetro, esta punta está localizada en el extremo de un cantilever de 100 a 200 micras de largo. Las fuerzas entre la superficie de la muestra y la punta ocasionan que el cantilever se doble o desvíe, un detector mide esta deflexión a medida que la punta se barre sobre la muestra. De las deflexiones medidas del cantilever y mediante el uso de una computadora, se genera un mapa de la topografía superficial.

En AFM contribuyen normalmente a la deflexión del cantilever muchas fuerzas, la comúnmente asociada es la fuerza interatómica, denominada fuerza de Van der Waals. La magnitud de la fuerza total ejercida sobre la muestra varía de $10^{-8} N$ al rango de operación típico de $10^{-7} - 10^{-6} N$.

El microscopio puede trabajar en los siguientes modos:

A) Modo de contacto. Es el más empleado, se utilizan puntas de nitruro de silicio. En determinadas muestras se puede alcanzar resolución atómica o molecular. En este modo se puede también obtener la imagen correspondiente y simultáneamente de fricción gracias al fotodetector de cuatro partes que lleva incorporado el AFM. También se tiene la posibilidad de efectuar medidas de modulación de fuerzas así como imágenes de “volumen de fuerzas” que puede dar información sobre diferencias de las propiedades elásticas. Todos estos análisis se pueden llevar a cabo tanto en condiciones ambientales, como en un medio líquido. Esta última posibilidad es muy interesante ya que en las medidas en el aire se producen fuertes fuerzas laterales durante la medida, las fuerzas aplicadas pueden ser de unos 10 nN, que pueden afectar la estabilidad mecánica de la muestra si ésta es blanda (por ejemplo de naturaleza orgánica). En un ambiente líquido estas fuerzas desaparecen llegándose a aplicar fuerzas cercanas a los 10 pN.

B) Modo de contacto intermitente (tapping). Este modo se utiliza para analizar muestras cuyo estudio en el modo de contacto resulta problemático. Se emplean puntas de silicio y no es posible alcanzar resolución atómica. En este modo la punta no está en contacto continuo con la superficie de la muestra sino en contacto intermitente o discreto. De esta manera se reduce la interacción entre la punta y la muestra.

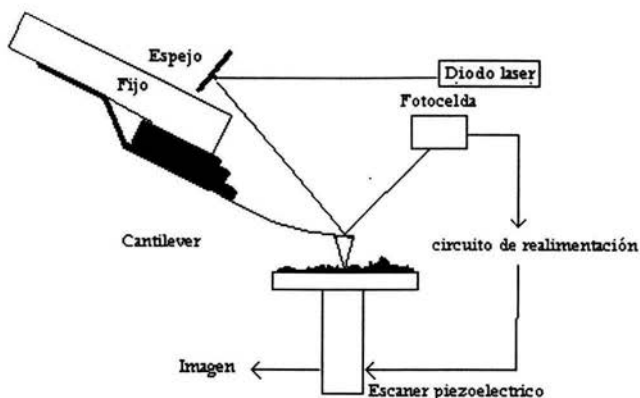


Figura 13.-Esquema de la técnica de deflexión óptica.

Una vez que el AFM ha detectado la deflexión del cantilever, como se muestra en la figura 13, puede generarse el conjunto de datos topográficos de dos formas, pues la variación espacial de la deflexión del cantilever puede usarse directamente para generar el conjunto de datos topográficos o bien, la deflexión puede usarse como entrada a un circuito de retroalimentación que mueva el sistema de barrido hacia arriba o hacia abajo en la dirección z , respondiendo a la topografía a modo de mantener la deflexión del cantilever constante. El primer método se llama de altura constante porque la altura del scanner es fija durante el barrido.

La resolución lateral de una imagen de AFM está determinada por dos factores: el tamaño del escalón de la imagen y el radio mínimo de curvatura de la punta, normalmente el conjunto más grande de datos con que se dispone en los microscopios comerciales es de 512 por 512 datos puntuales; De modo que en un barrido de una micra por una micra se tendrá un tamaño de escalón y resolución lateral aproximadamente de 2nm.

Las puntas más agudas con las que se dispone comercialmente se especifican con un radio de curvatura mínimo de alrededor de 5nm, debido a que el área de interacción entre la punta y la muestra es una fracción del radio de la punta, estas puntas proporcionan normalmente una resolución lateral de 1 a 2 nm, de esta forma la resolución de las imágenes de AFM mayores a una por una micra viene determinada no por la punta sino por el escalón de la imagen, la mejor resolución de un AFM depende, sin embargo, de cómo se define esta.

1.13 Espectroscopia infrarroja.

La región del infrarrojo suele considerarse como la zona comprendida entre las longitudes de onda de 0.75 y 1000 μm , la región del infrarrojo se subdivide a su vez en tres regiones, la del infrarrojo próximo ó cercano, la del infrarrojo medio o fundamental y la del infrarrojo lejano, en atención tanto a sus distintas técnicas instrumentales utilizadas, como al diferente tipo de información que puede utilizarse en cada una de ellas. La región del infrarrojo cercano suele considerarse comprendido entre 0.75y 2.5 μm , en ellas pueden usarse placas fotográficas para el registro de los espectros pudiendo hacerlo mediante muchos de los aparatos utilizadas también en espectroscopia visible-ultravioleta. La región del infrarrojo fundamental comprendida entre 2.5 y 25 μm , en esta región aparecen los espectros de absorción debidas a las vibraciones fundamentales de las moléculas por lo que es la más importante y la más empleada en espectroscopia infrarrojo (IR). Por ultimo la región del infrarrojo lejanos se encuentra entre 25 y 1000 μm , se utiliza una técnica distinta por completo, de las convencionales utilizadas hasta ahora en infrarrojo, llamada espectroscopia por transformada de Fourier, basada en mediciones interferométricas, aquí aparecen las bandas de absorción debidas a las rotaciones de las moléculas ligeras así como los movimientos reticulares en la red cristalina.

Como se sabe una molécula no es una estructura rígida, sino que a temperaturas ordinarias, los átomos que la forman oscilan constantemente alrededor de sus posiciones

de equilibrio. La amplitud de estas oscilaciones es muy pequeña, entre 0.01 y 0.1 Å, y su frecuencia de vibración es relativamente elevada, de 10^{12} y 10^{14} Hz. Esta frecuencia es de la misma magnitud que de la radiación infrarroja por lo que cabe esperar que haya interacción de dicha radiación con las vibraciones atómicas de una molécula, llamadas corrientemente vibraciones moleculares. En efecto al iluminar un conjunto de moléculas con radiación infrarroja de frecuencia apropiada, ocurre una absorción por las moléculas de la energía de la radiación. El registro gráfico del porcentaje de la radiación absorbida (o transmitida) por una muestra de sustancia, en función de la longitud de onda de la radiación infrarroja incidente, es lo que se llama un *espectro infrarrojo*. La región del espectro donde aparece una absorción de radiación se llama banda de absorción, llamada frecuencia de la banda, así como la intensidad o porcentaje de absorción, son datos de gran interés para el estudio de la estructura molecular de la sustancia absorbente.

En moléculas muy simples, es posible conocer la forma de las vibraciones normales y existen procedimientos matemáticos para calcular las frecuencias de vibración, al aumentar la complejidad de las moléculas, la dificultad de los cálculos matemáticos crece enormemente y esto hace recurrir a ciertas reglas semiempíricas para relacionar el espectro de infrarrojo con la estructura de tales moléculas. Para ello se toman como base, por una parte, los cálculos rigurosos de moléculas sencillas y por otro las correlaciones empíricas deducidas tras numerosos trabajos, mediante la comparación de los espectros IR de moléculas de series homólogas o de compuestos relacionados. Así se ha llegado a la conclusión de que es posible obtener una idea aproximada de ciertos modos de vibración de una molécula compleja, descomponiéndola en unidades o grupos atómicos muy simples cuyas vibraciones normales se conocen. Se ha encontrado experimentalmente que determinados grupos, están presentes en una molécula, dan lugar casi siempre a ciertas bandas de absorción aproximadamente a la misma frecuencia, llamadas por esto bandas características o frecuencias de grupos.

La existencia de bandas características, originadas por bandas excitación y cuya frecuencia se mantiene aproximadamente constante en distintos compuestos, se debe al hecho de que las constantes de fuerza de ciertos enlaces se mantienen casi iguales al

pasar de unas moléculas a otras. Es decir el enlace considerado en las diferentes moléculas, varía muy poco en su configuración electrónica [26].

1.14 Espectroscopia Raman.

La espectroscopia Raman es una herramienta muy útil para distinguir entre las diferentes fases carbono ya que cada una tiene bandas características. Tuinstra y Koenig, realizaron uno de los primeros estudios experimentales de Raman sobre materiales de carbono. El espectro de un solo cristal de grafito tiene una sola banda característica en 1581cm^{-1} conocida como banda G y esta presente en todos los materiales de grafito tales como el grafito pirolítico muy orientado (HOPG, por sus siglas en inglés), el grafito pirolítico y el carbón vegetal. El espectro Raman de primer orden comprende el intervalo de 1000 a 1800cm^{-1} y esta compuesto por dos bandas, a 1350 y 1580cm^{-1} mientras que el de segundo orden esta en el intervalo entre 1800 y 4000cm^{-1} . La banda a 1350cm^{-1} aparece cuando el material contiene defectos en los planos de grafeno o en los bordes de los cristales de grafito, no así para el espectro del diamante, ya que esta banda en este material es característica de los enlaces sp^3 . Esta banda es comúnmente llamada banda D y su posición depende de la longitud de onda del láser utilizado, entre mas corta sea la longitud de onda, la posición de la banda aumenta. El espectro de segundo orden también depende del tamaño del cristal, donde las bandas se ensanchan a medida que el tamaño del cristal disminuye.

Las partes principales de un espectrómetro IR son: la iluminación láser, el microscopio donde se colocan las muestras para hacer análisis micro o el portamuestras para hacer análisis macro y por ultimo el espectrómetro ó policromador.

Usando un rayo de luz láser bien definido que se incide sobre un divisor de rayo para el análisis micro o un espejo antes del divisor para un análisis macro. El microscopio Raman puede ser un microscopio normal con objetivos intercambiables para enfocar el láser en un punto pequeño generalmente $< 1\ \mu\text{m}$ de diámetro. La muestra dispersa esta luz, la que es colectada por el objetivo y regresa al divisor de rayo pasando

a través de el llegando a un filtro Notch capaz de bloquear la luz con $\pm 50 \text{ cm}^{-1}$ y sirve para retener la dispersión elástica (Rayleigh). El espectro consiste en una gradilla y un detector específico para el láser que se está utilizando. En decir, una porción muy pequeña de la luz que entra en un material sufre ligeros cambios de frecuencia (color), que son característicos del material e independientes de la frecuencia de la luz incidente. En un espectro Raman la cantidad de luz dispersada con cada cambio de frecuencia se analiza cuando la muestra se ilumina con luz monocromática (luz láser). Se obtiene información de la composición, la estructura, la orientación y el estado (la temperatura, la tensión, la fase).

Capítulo 2.

Modificación del equipo

2.1 Descripción del equipo con que se contaba.

Como ya se menciona el objetivo de este trabajo fue modificar el equipo, además de diseñar aditamentos para poder tener un mejor control de los parámetros necesarios, como son la temperatura tanto del sustrato como del filamento, la distancia, el ángulo de deposito, para así obtener películas de mejor calidad, además de tener un mejor control del crecimiento de estas con miras a sus posibles aplicaciones, para diseñar dispositivos electrónicos de tamaño nanométrico.

El equipo con que se contaba inicialmente consistió básicamente en tres partes:

- a) equipo de control de vacío.
- b) cámara de vacío.
- c) instrumentos de control.

2.1.1 Equipos de control de vacío.

Esta parte del equipo realiza el vacío en la cámara, lo cual es necesario para la formación de depósitos sin impurezas. Además de extraer el aire, el cual podría formar óxidos sobre los sustratos y los filamentos al calentarlos, extrae los gases que pudieran contaminar las superficies de las muestras. Este equipo a su vez se divide en dos partes, una primera etapa en la que actúa una bomba de vacío mecánica, figura 14, con la que

se alcanza una presión de 1×10^{-3} Torr, la cual se alcanza relativamente rápida en un lapso de 10 min. La bomba mecánica con que cuenta el equipo es un a PFEIFFER-BALZERS, tipo DUO 1.5ª cuya velocidad de bombeo es de $1.5 \text{ m}^3/\text{h}$. Una vez alcanzada esta presión comienza a actuar la segunda etapa que es una bomba de vacío turbomolecular, figura 15, con la cual se puede alcanzar presiones del orden de 10^{-7} Torr, este es un proceso más tardado, dado que a menor concentración de gases en la cámara el proceso de extraerlos es cada vez más difícil. La bomba turbomolecular es una PFEIFFER-BALZERS tipo TPU 050 y ambas bombas son controladas por una unidad controladora tipo TSU 050 de la misma marca que las bombas.

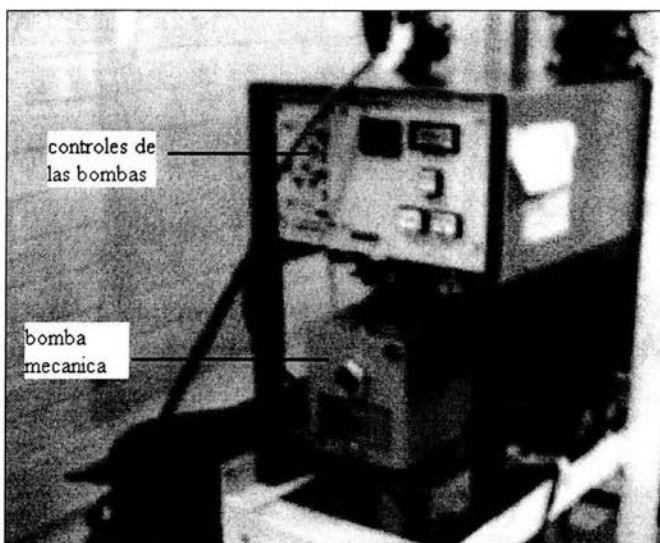


Figura 14. Bomba mecánica.

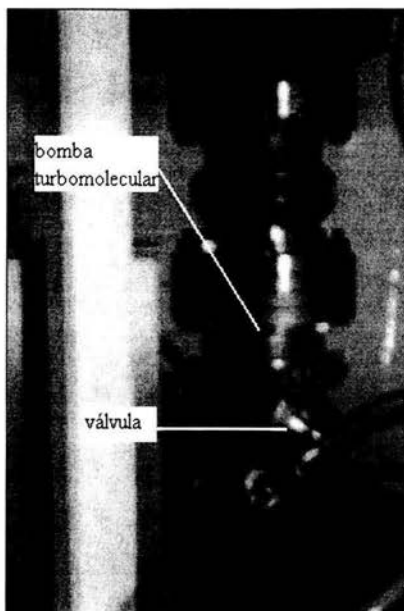


Figura 15. Bomba turbomolecular.

2.1.2 Cámara de vacío.

Es la región en donde se realizan los depósitos, la cual esta construida de paredes gruesas (para soportar las presiones que se manejan) de acero inoxidable para evitar que la cámara se contamine, como se puede ver en la figura 16, esta cuenta varias ventanas de acceso, que se utilizan de la siguiente forma:

1. La ventana que se usa para tener acceso a la bomba de vacío y los sensores que miden la presión.
2. La ventana que se usa para tener acceso a la cámara tanto para colocar, retirar y modificar las condiciones de depósito de los sustratos así como para poder colocar el material que se quiere evaporar en el filamento.

3. La ventana que contiene los atravesadores que se ocupan para alimentar las resistencias o tomar medidas de las temperaturas registradas en el filamento y el porta sustratos, también cuenta con un eje mecánico que sirve para acercar o alejar el filamento del eje transversal del porta sustrato.
4. La ventana que ciega que en este trabajo utilizamos para base del soporte del porta sustratos.

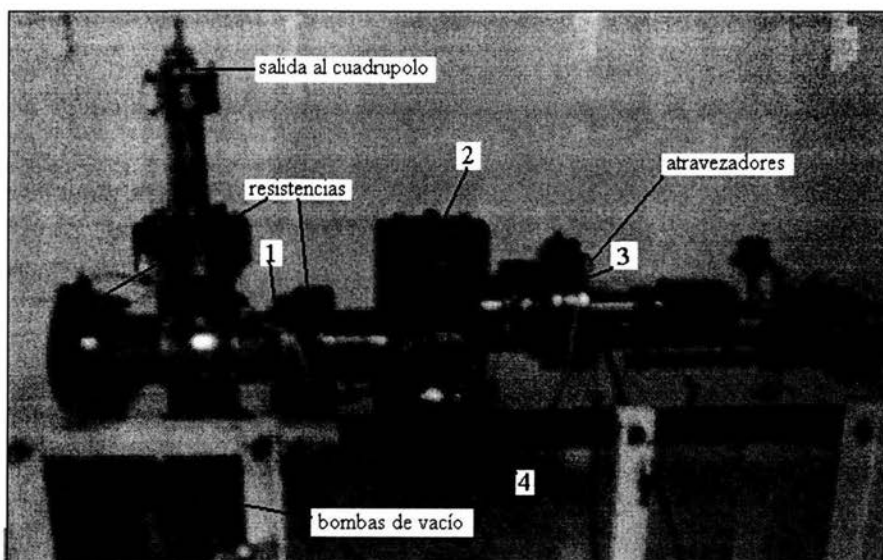


Figura 16. Cámara de vacío.

3.1.3 Instrumentos de control.

Los instrumentos con que contamos en el Laboratorio de materiales y sensores del Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico (CCADET), acoplados a la cámara de evaporación son los siguientes:

-
-
1. Espectrómetro de masas (cuádruplo), este equipo nos da información de las especies químicas que se encuentran dentro de la cámara de vacío esto lo logra mediante la ionización de los átomos y posteriormente al pasar por un campo eléctrico estas describen una trayectoria circular, donde el radio dependerá de la relación carga- masa y de esta manera puede identificar el tipo de átomos que se esta considerando. También podemos medir la presión dentro de la cámara, es muy importante mencionar que esta presión medida, no es una presión real sino que es una presión parcial, que nos sirve como referencia para poder asegurar las condiciones de depósito. Dado que este instrumento no esta diseñado para medir presiones propiamente sino solo para detectar las concentraciones de los distintos elementos dentro de la cámara. Este equipo es muy delicado y hay que tener cuidado de no exponer la cabeza del cuádrupolo a presiones por arriba del orden de 10^{-3} Torr, dado que es donde se encuentran los detectores y corren el riesgo de dañarse y este equipo es muy caro.
 2. Fuentes de voltaje que se usan para suministrar el voltaje requerido y así aumentar la temperatura del filamento y el portasubstrato
 3. Multimetros con los que se toman las lecturas de los voltajes en los termopares, para posteriormente calcular la temperatura asociada.

2.2 Equipo modificado y de cada uno de sus componentes.

Con base en el equipo con el que se contaba en el CCADET y tomando en cuenta las necesidades de control en los depósitos enunciadas anteriormente se realizo el diseño de la pieza que se muestra en la figura 17.

La pieza diseñada consta de un poste que sirve como soporte y que además nos permite variar la altura del porta substratos, para de esta manera controlar la distancia de depósito en los substratos, esto es muy importante dado que el controlar este parámetro nos permite por ejemplo obtener películas de mayor o menor grosor y también para aprovechar el material a depositar dado que al estar más cerca el sustrato del filamento la dispersión del material es menor.

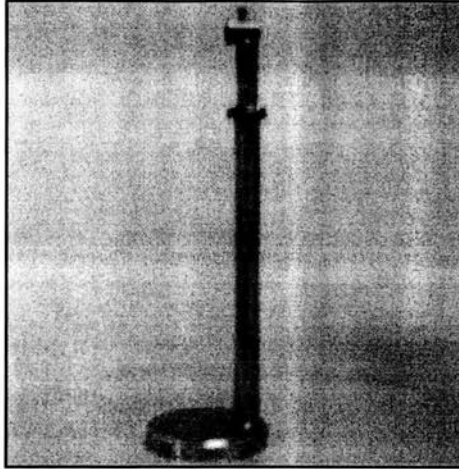


Figura 17. Soporte del portasubstrato, hecho de acero inoxidable.

En la parte superior se encuentra localizada una sección que tiene un prisionero que sirve para sujetar y a su vez controlar el ángulo de depósito del porta substratos, esta pieza fue diseñada de esta forma pensando en futura pruebas que se realizaran con substratos con superficies texturizadas en donde esperamos que la orientación de cómo se realice el depósito será muy importante, con el propósito de manipular el depósito mismo, es decir se controla la región sobre la cual se formara la película y sobre que región o parte de superficie no.

La tercera parte no menos importante es el portasubstratos la cual además de sujetar los substratos nos permite variar la temperatura de estos usando para tal efecto una resistencia de nicromel aislada mediante cuentas de cerámica para evitar cortos dentro del sistema, esta resistencia se introdujo por los orificios realizados al porta substratos; La pieza es de aluminio para asegurar la buena conducción del calor y que la temperatura sobre esta sea lo mas uniforme posible, las perforaciones se encuentran aisladas mediante tubos de material cerámico pues estos materiales son buenos

conductores del calor y son muy resistentes, la resistencia de nicromel tiene una longitud de 10 cm. y una resistencia de $R=0.6\pm 0.05 \Omega$.

El poder controlar la temperatura es muy importante, pues como se menciono anteriormente el deposito de los substratos a baja temperatura favorece un crecimiento epitaxial, es decir la formación de la película crecerá de forma tal que sigue el mismo patrón observado en la superficie del substrato, en cambio para una temperatura alta se observa un crecimiento con un mayor orden es decir se favorece un crecimiento cristalográfico.

2.3 Fabricación de los termopares y su calibración.

Los termopares como ya se menciono en el capítulo 1, son el instrumento que nos permite convertir la temperatura de los elementos que se encuentran dentro de nuestra cámara, a una señal eléctrica que podamos medir con los instrumentos adecuados con que se cuenta el laboratorio, los termopares que se utilizaron en este trabajo fueron también elaborados y caracterizados, en el laboratorio esto con la finalidad de tener un mejor conocimiento del equipo y de sus componentes.

Los alambres utilizados fueron de 30 cm. Los cuales se obtuvieron a su vez de un cable para hacer termopares tipo **J**, para lograr que la unión sea lo más fuerte y homogénea posible se utilizo el dispositivo mostrado en la figura 18, la unión se lleva a cabo cuando se cierra el circuito con los alambres (que tienen una resistencia eléctrica muy pequeña $\sim 1 \Omega$) y la pieza de carbón pasando a través de estos una corriente eléctrica, generando localmente una elevación de la temperatura suficiente para lograr que los alambres alcancen su punto de fusión y debido, a que se encontraban relativamente cerca uno de otro se logra que se fusionen sin necesidad de utilizar otro material para lograr la unión, como algún tipo de soldadura lo que cambiaría las propiedades del termopar. Es importante notar que la unión se llevo a cabo en una

atmósfera de helio para evitar que se oxide la unión y al colocarlo dentro de la cámara de vacío esto provocara contaminación, el voltaje aplicado al circuito fue de 12 V.

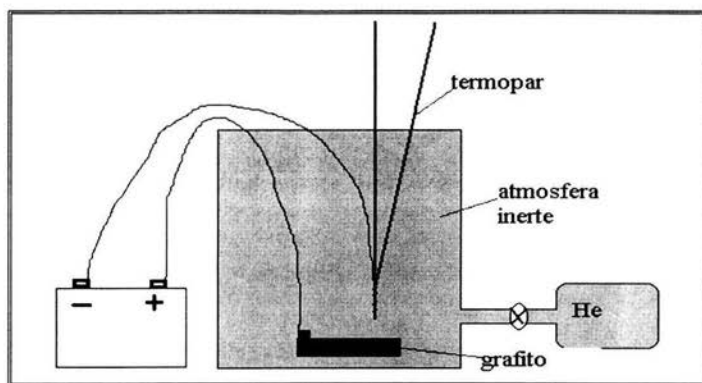
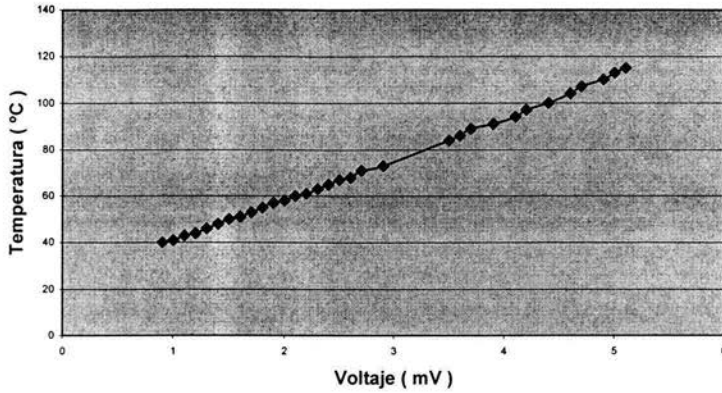


Figura 18. Esquema que muestra la forma de como se hizo la unión de las puntas de los termopares, las cuales quedan soldadas al cerrar el circuito.

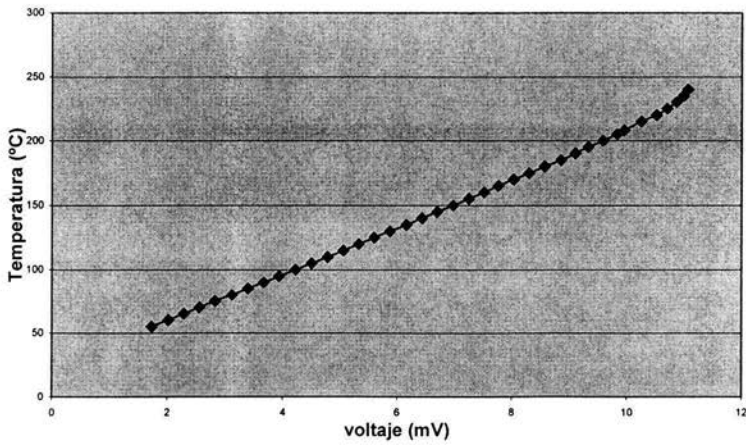
Para caracterizar los termopares se utilizó un sistema de calentamiento donde se colocó un termopar comercial y el termopar de esta forma conforme se aumentaba la temperatura del medio se registraban los cambios del voltaje en las terminales del termopar comparándola con la temperatura del instrumento patrón (ya caracterizado) para obtener una regla de conversión. Para medir el voltaje en los termopares se usó un multímetro mod. Multímetro 250 de la marca Setern, obteniendo en ambos casos funciones de comportamiento similares, dado que los termopares eran parecidos, los datos obtenidos se graficaron y se muestran en la figura 19.

Voltaje termopar Vs Temperatura, del termopar del filamento



(A)

Voltaje del termopar Vs Temperatura del termopar.



(B)

Figura 19. Relación voltaje vs. Temperatura del termopar del filamento (A); del sustrato (B).

2.4 Medidas del soporte y la cámara (diagramas)

En la figura 20, que muestra la cámara de evaporación con sus respectivas medidas de los diferentes elementos que se encuentran dentro de esta, indicando la colocación del portasubstratos, substrato y filamento.

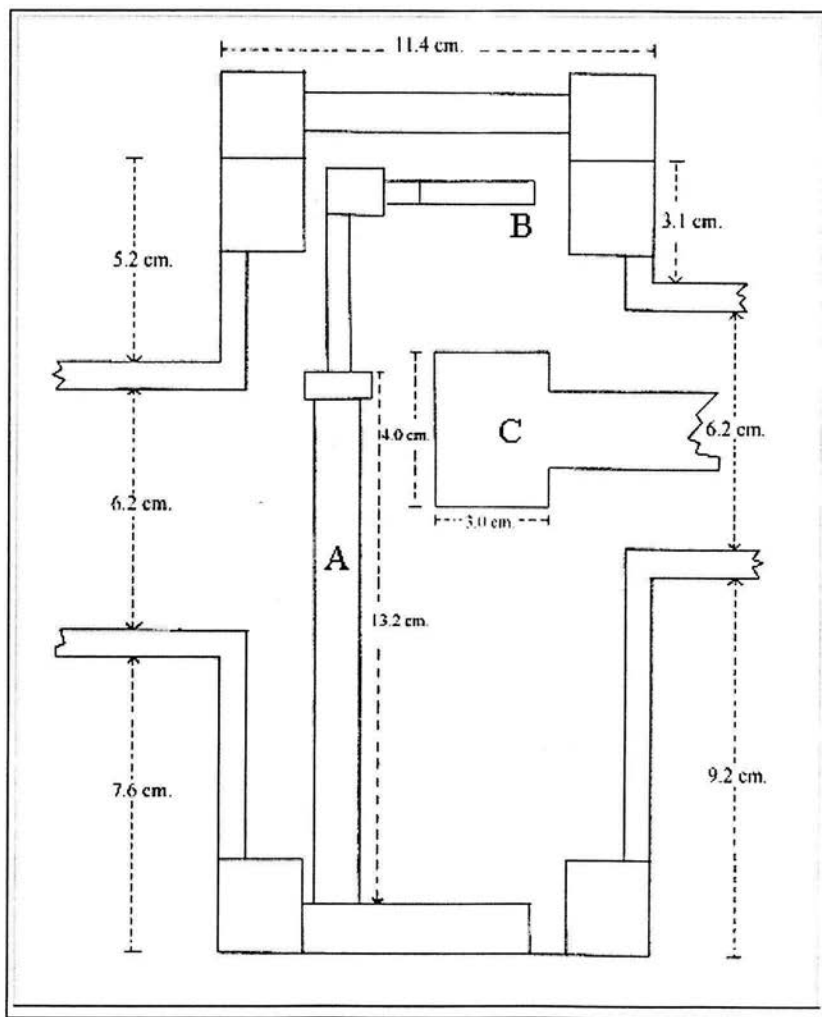


Figura 20. Diseño de la cámara de evaporación: (A) Soporte del portasubstratos, (B) Portasubstratos, (C) Filamento.

2.5 Manual para crecer películas.

Como parte del proceso de realizar un depósito hay trabajo previo, es decir desde la información mínima necesaria, como son que materiales podemos evaporar, que características debe de tener y sobre que otro material queremos depositarlos, como es la limpieza de los substratos, así como la limpieza de la cámara, las precauciones que hay que tener, los regimenes de trabajo del adecuado funcionamiento del equipo, así como el funcionamiento de los sistemas de adquisición de datos, etc. Por lo tanto se expone a continuación los pasos necesarios para obtener una película de fullereno sobre semiconductores (Si, InP).

1. Una vez que se cuenta con los substratos, es necesario cortarlos para que tengan un tamaño manejable y practico, para poder realizar mediciones posteriores, así como no desperdiciar material en caso de que se quieran realizar más depósitos. El tamaño adecuado según nuestra experiencia es de aproximadamente 5 mm por 3 mm. Procurando que al cortarlos no se dañe la superficie de estos. Para su limpieza primero se colocan en el ultrasonido durante 10 min. En un vaso de precipitados con agua deionizada o tridestilada, una vez hecho esto se colocan en frasco con isopropanol para evitar que se contaminen con polvo del ambiente y se dejan ahí hasta que se coloquen en el portasustratos. Tomando en cuenta que se utiliza un cubreobjetos de microscopio y la mitad de otro que sirve para sujetar la muestra y se limpian de la misma forma que el substrato.
2. Para abrir la cámara hay que asegurarnos que todo este apagado y desconectado para evitar algún corto al estar manipulando los elementos que se encuentran dentro, una vez hecho esto se abre la cámara con una llave española de $\frac{1}{2}$ pulgadas procurando no dañar la cabeza de los tornillos.

-
3. Verificar que el sello (aro de cobre) no se encuentre muy dañado y si es así se tendrá que colocar otro (por lo general se utilizan sólo en dos ocasiones), estos se lavan con agua y jabón normal procurando eliminar todo el óxido que se forman sobre estos, después se enjuagan con agua deionizada o destilada y son secados con aire comprimido para evitar introducir humedad dentro de la cámara, esto ayuda a que el vacío necesario se alcance en menor tiempo.
 4. Teniendo todo el material preparado, sustrato sellos y cubreobjetos, se abre la cámara y extrae el portasustrato, se coloca el sustrato (previamente secado con aire comprimido) sujetado entre dos cubreobjetos teniendo cuidado en que se tenga un área efectiva del sustrato libre en la cual se depositará la película, al sujetar los portaobjetos se debe también tener cuidado en no romperlos con las pinzas al ser apretadas estas. La forma en que queda montado se muestra en la figura 21.
 5. Se vuelve a colocar el portasustrato en el soporte y se asegura con el tornillo para evitar movimientos del mismo dentro de la cámara, se debe de verificar que los cables de alimentación de corriente del portasustrato así como los del termopar no estén en corto con las paredes de la cámara o con alguna otra pieza metálica dentro de la misma.
 6. Antes de sellar la cámara se debe de revisar la conectividad de todos los elementos de control dentro de la cámara para evitar fallas de voltaje o lecturas erróneas; Para cerrar la cámara se cambia el sello y aprietan los tornillos de forma alternada opuesta logrando con esto una presión casi uniforme sobre todo el sello con el fin de que las modificaciones físicas que sufra el mismo ayuden a una mayor hermeticidad, cabe mencionar el cuidado con el que se manejan los tornillos para evitar daños en la rosca de la cámara.

7. Una vez sellada la cámara el siguiente paso es encender las bombas de vacío según manual [manuales de operación de las bombas] algo muy importante, se debe de tener cuidado en no encender las bombas sin presión de aire conectado a la compuerta de seguridad, para este equipo el vacío primario se alcanza alrededor de los 10-15 minutos, esto se verifica en el medidor del equipo, si después de este tiempo el vacío alcanzado no es óptimo según el medidor se deben de revisar todas las conexiones así como las compuertas que se hayan manipulado para detectar posibles fugas.
8. Una vez logrado el vacío primario se calientan todos los componentes de la cámara a través de resistencias para ayudar a evaporar humedad dentro de la cámara por aproximadamente una hora.
9. El siguiente proceso es la evaporación el cual varía según las condiciones particulares de cada experimento.
10. Para sustraer la muestra es recomendable que la temperatura de todos los elementos dentro de la cámara se encuentren a menos de 50°C (para evitar oxidaciones ya sea en el filamento en las resistencias o en el sustrato) antes de apagar las bombas y ventilar la cámara.

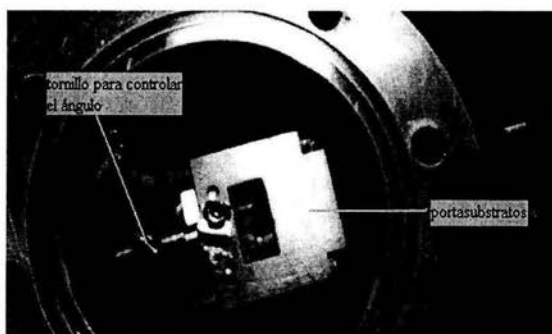


Figura 21. Portasubstrato montado en el soporte.

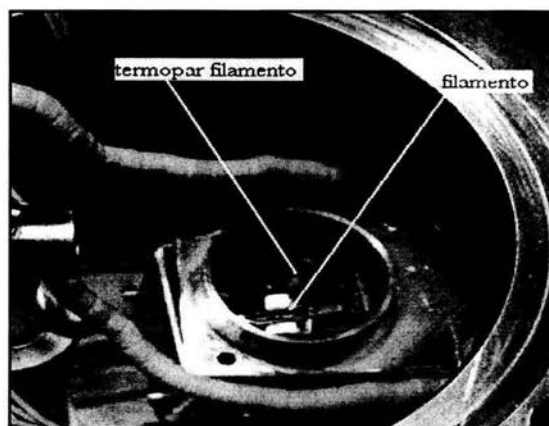


Figura 21. Muestra la forma del filamento utilizado y al termopar con las cuentas de materiales cerámicos.

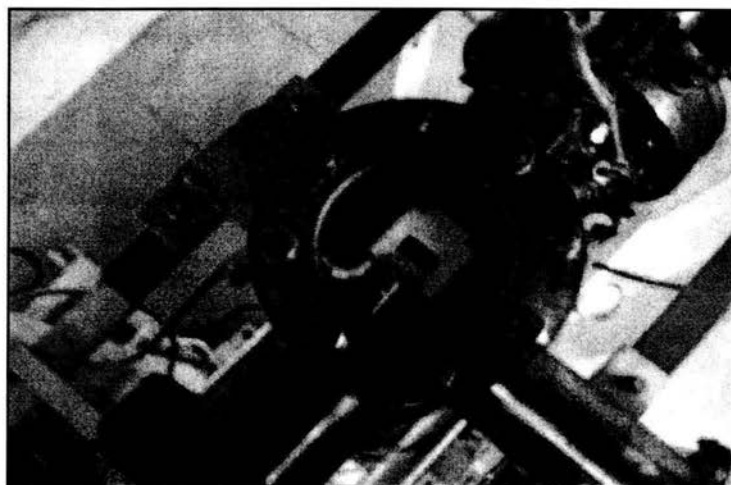


Figura 23. Vista superior de la cámara sellada preparada para realizar un depósito.

Capítulo 3.

Resultados y Discusión

3.1 Control de temperatura.

Es importante mencionar lo siguiente, que el control de la temperatura del sustrato es muy estable, dado que se pudo controlar con una incertidumbre de $\pm 1^\circ\text{C}$ esto se logra variando el valor del voltaje aplicado a la resistencia del sustrato.

Para estimar el valor de la temperatura de evaporación se tomaba el valor del voltaje del termopar en el multímetro cuando el vacío disminuía, esto se puede apreciar dado que el espectrómetro de masas es muy sensible a las densidades de las especies químicas presentes dentro de la cámara, además debido a que el flange superior es de vidrio se puede observar a simple vista el momento en que los fullerenos comienzan a evaporarse de esta forma podemos asegurar que la temperatura de evaporación de los fullerenos es de $T=280^\circ\text{C}$ bajo una presión de trabajo de $P=1 \times 10^{-7}$ Torr.

Como ya había mencionado el proceso por el cual se realiza el depósito influye en las características de este; es decir depende de cómo la energía es suministrada al filamento y este a su vez como calienta a los fullerenos; la rampa de calentamiento utilizada fue de aproximadamente $4^\circ\text{C}/\text{min}$. Variando cada 5 minutos el valor del voltaje del filamento, este intervalo de tiempo era necesario para asegurar una estabilidad en el valor del voltaje medido en los Multimetros.

3.2 Espectros Raman e Infrarrojo.

Primero se hizo un análisis por espectroscopia infrarroja, para identificar la calidad de las películas e identificar el espectro característico de películas de fullereno C_{60} . En la figura 24, se presentan claramente las cuatro bandas típicas del espectro (IR) de fullereno C_{60} : 1429, 1182, 576, 527 cm^{-1} . Con lo cual únicamente se esperaba comprobar que efectivamente lo que se está depositando es fullereno C_{60} sin impurezas y no hay una descomposición de estos al ser evaporados. Es importante notar que el espectro obtenido de película concuerda con los espectros obtenidos por otros métodos de depósito existentes en la literatura [10].

Para las películas se utilizaron fullerenos C_{60} comerciales con grado de pureza 99.5% (MER Corp.). Como sustrato se emplearon obleas de Si (100) y InP (100) comerciales con superficies planas, las cuales se limpiaron como se indicó anteriormente (Pág. 35).

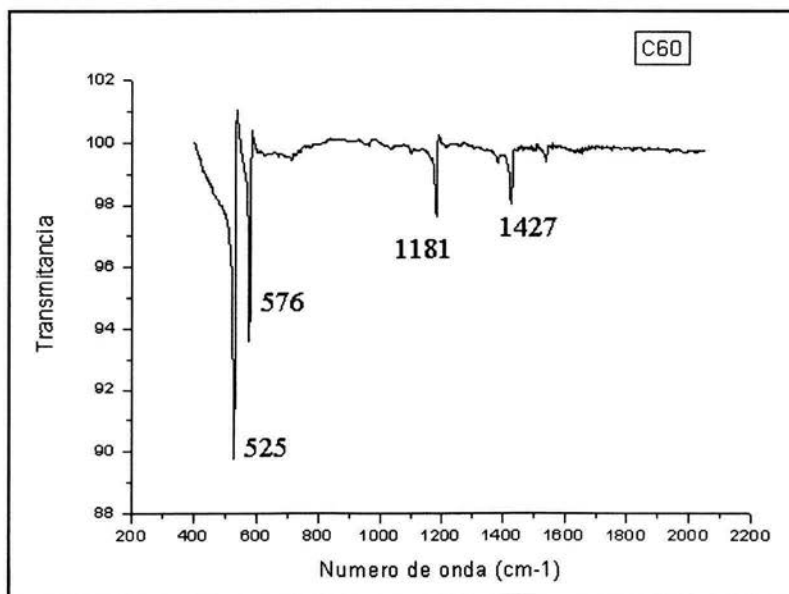


Figura 24. Espectro de infrarrojo de las películas de fullereno C_{60} .

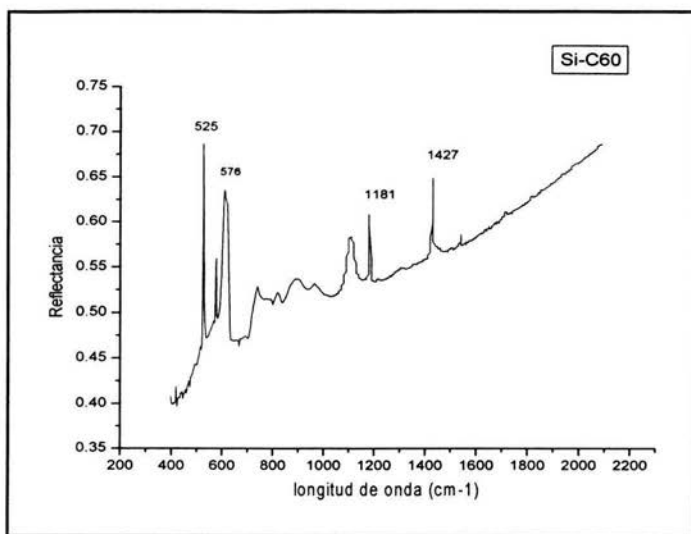


Figura 25. Espectro de infrarrojo de la película de C₆₀ depositada sobre silicio.

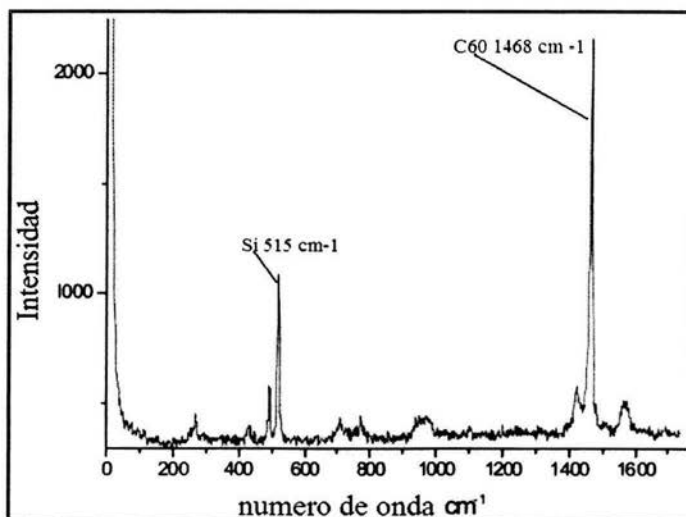


Figura 26. Espectro Raman de fullereno C₆₀.

En la figura 25 se muestra el espectro, por espectroscopia Raman de una película con fullerenos sobre silicio. El espectro Raman, muestra la línea Raman de los fullerenos C_{60} junto con la línea de silicio, de los dos picos que aparecen el más intenso situado a 1468 cm^{-1} corresponde a los modos debidos a los pentágonos de la estructura de los fullerenos, cercano a este tenemos el pico (menor) a 1572 cm^{-1} que corresponde a los modos activos-Raman de los fullerenos, en el extremo opuesto a 515 cm^{-1} tenemos la línea Raman del silicio. La presencia de estos picos de forma tan definida nos habla de la calidad de las películas de fullerenos.

3.3 Análisis por AFM.

Los estudios la morfología de las películas se realizaron, en un microscopio de fuerza atómica marca Park Scientific Instruments modelo AutoProbe CP, utilizándolo en modo no contacto.

En esta sección se muestran los resultados obtenidos, es decir las películas obtenidas de fullerenos sobre Si y InP. En las cuales nos podemos dar cuenta, de que la variación no solo en los parámetros involucrados sino también el proceso mediante el cual se depositaron, da como resultado diferentes tipos de estructura superficial y espesor de las películas, se hizo el análisis mediante la técnica de AFM, de la cual podemos obtener la estructura superficial, el tamaño de grano o aglomerados así como el espesor de las películas.

En la figura 27, podemos apreciar que el crecimiento de la película de fullerenos sobre superficie de Si es homogénea, es decir el tamaño de los aglomerados es del mismo orden. Así como en la figura 28, se puede ver la superficie de InP sin fullerenos y con película de fullerenos y nuevamente se observa que la película es homogénea, la diferencia más evidente que podemos apreciar es el tamaño de grano que es más grande con respecto a la película depositada sobre Si. Esta diferencia nos indica que las interacciones Si- C_{60} son más fuertes que las interacciones InP- C_{60} .

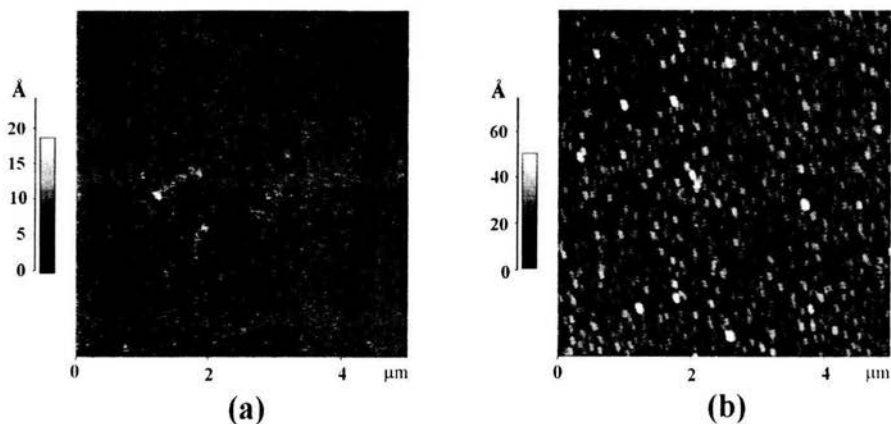


Figura 27. Micrográficas AFM de la superficie de silicio: sin deposito de C_{60} (a), con deposito de C_{60} (b). Condiciones de deposito: $T_{sub}= 25^{\circ}C$, $T_{evap}= 250^{\circ}C$, presión de trabajo $\sim 1 \times 10^{-7}$ Torr. Tamaño de grano de $d=0.1 \mu m$ y el espesor de la película es de $D=62$ nm.

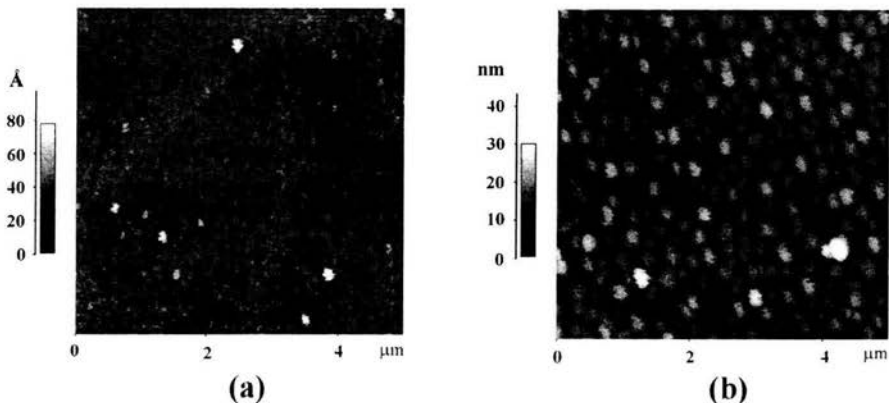


Figura 28. Micrográficas AFM de superficie de InP: sin fullereno (a), con fullereno (b) depositados con las siguientes condiciones, $T_{sub}= 25^{\circ}C$, $T_{evap}= 250^{\circ}C$ presión de 1×10^{-7} Torr, Tiempo= 2.5 min. Tamaño de grano de $d=0.2 \mu m$ y espesor de $D=62$ nm.

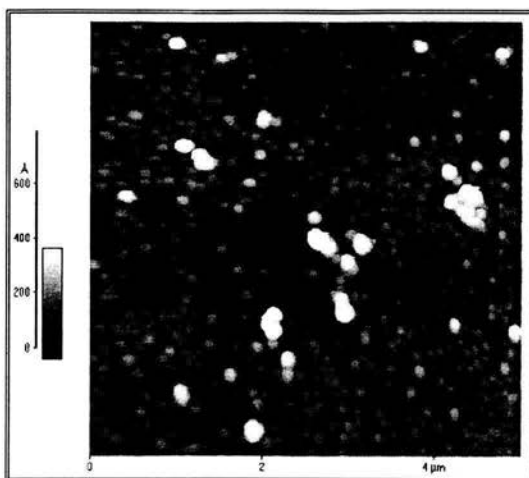


Figura 29. Micrografía AFM de película de C_{60} sobre silicio; depositada con calentamiento del sustrato ($T=120\text{ }^{\circ}\text{C}$).

En la figura 29, se muestra una película crecida sobre Si, depositada bajo las siguientes condiciones, $T_{\text{sub}}=120\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{evap}}=250\text{ }^{\circ}\text{C}$, Tiempo=5 min.; presión de trabajo 1×10^{-7} Torr. De donde se obtuvieron los siguientes valores del depósito; tamaño de grano 130- 150 nm y espesor de $D = 160\text{ nm}$. En la figura 30, podemos apreciar una película crecida sobre InP con las siguientes condiciones de depósito, $T_{\text{sub.}}=120\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{evap.}}=250\text{ }^{\circ}\text{C}$, presión 1×10^{-7} Torr y cuyos valores característicos fueron $d = 130\text{ nm}$ y espesor de $D = 160\text{ nm}$.

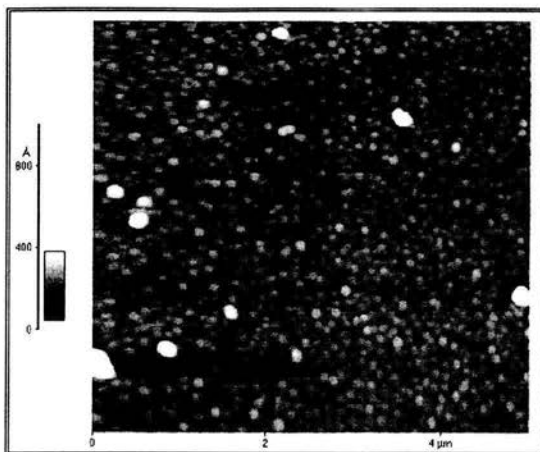


Figura 30. Micrografía AFM de película de C_{60} sobre InP con calentamiento del sustrato.

Analizando las imágenes de AFM (Fig. 29 y 30) podemos concluir que el tamaño de grano de la película en InP, disminuye con el calentamiento del sustrato, en cambio el tamaño de grano de la película sobre Si no cambio; Esto se debe posiblemente a que el aumento de la temperatura del sustrato promueve el aumento de las interacciones entre C_{60} y la superficie de InP, es decir es sensible al cambio de temperatura. Por otro lado tuvimos crecimiento del espesor de la película tanto en InP, como en Si, del mismo tamaño (160 nm), esto debido al aumento del tiempo de evaporación (5 min.).

Como se menciona al principio del capítulo tres, se logro un buen control del depósito por medio de la manipulación de la temperatura del filamento. Realizando varios depósitos en las mismas condiciones de vacío, rampa de calentamiento del filamento, temperatura del sustrato, distancia filamento-sustrato y sólo variando el tiempo de depósito (2 minutos) se obtuvieron muestras de diferentes espesores, al analizar el comportamiento del espesor contra el tiempo se obtuvo un comportamiento lineal con una tasa de depósito de 10 nm por minuto, aunque este comportamiento sólo se mantiene dentro de un rango de 15 minutos, después de este tiempo la tasa decae

significativamente. Por lo antes descrito podemos afirmar que se tiene un control del espesor de las películas como función del tiempo, para comprobar esto se hicieron varias películas de las cuales mostramos el perfil de una de ellas (fig. 31) para un espesor esperado de 40nm. En dicha figura realizada por AFM se observa un espesor promedio de 45nm.

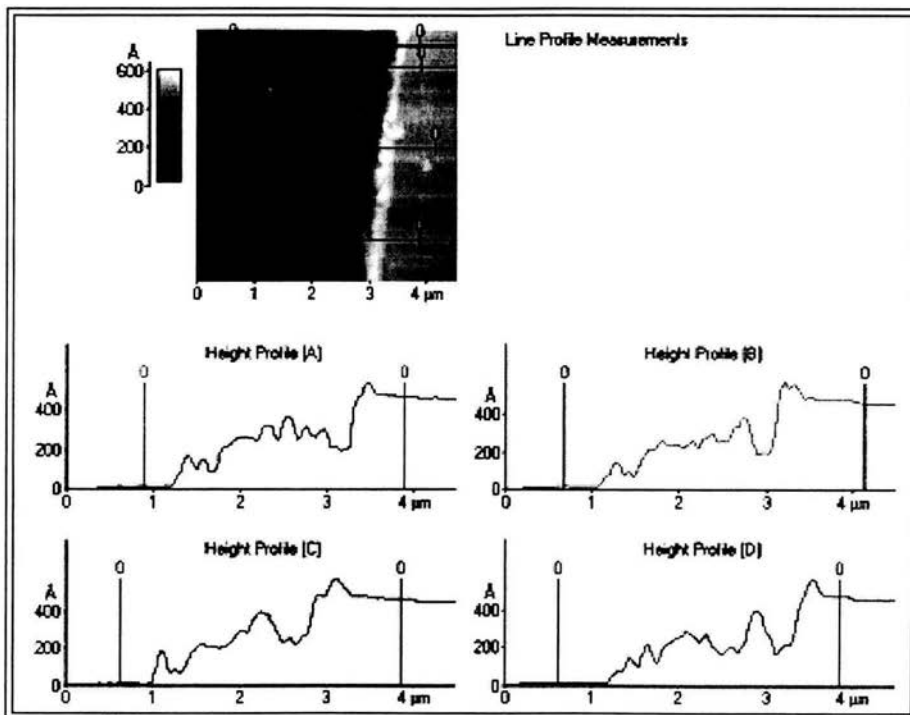


Figura 31. Fotografía de AFM donde se muestra el espesor de la película de C_{60} sobre Si.

Con las películas mostradas anteriormente lo que se pretende es solo mostrar que es factible depositar películas de fullerenos y esto permitirá investigar más sobre las propiedades de las películas de estos materiales.

Conclusiones.

- Las películas mostradas en la sección anterior muestran que el equipo esta trabajando adecuadamente.
- La diferencia de los valores del espesor, así como del tamaño de grano son debidas al cambio de las condiciones de depósito las cuales son controladas por las modificaciones implementadas en el equipo.
- El depósito de las películas de fullerenos nos habla de la versatilidad para el depósito de distintos materiales para la técnica de sublimación térmica.
- El cambio en las condiciones de deposito modifican los valores característicos de las películas, por esto es muy importante realizar mecanismos por los cuales las variables importantes en las películas sean cada vez más controladas, para esto se diseño y construyo el soporte del portasubstrato, así como el portasubstrato con el fin de hacer más dinámico y tener mas control sobre los depósitos.
- El tiempo de exposición es muy importante dado que este afecta directamente en el espesor de las películas, para esto se tiene pensado volver a modificar el soporte colocando un diafragma mediante el cual se podrá calcular el tiempo y con esto un mejor control de las películas.
- Con este método se pudo crecer películas de fullerenos bastante homogéneas que nos permitirán posteriormente realizar la medida de otras propiedades, ópticas, mecánicas electrónicas, de estos materiales.

-
- Los depósitos y la buena adhesión de las películas permiten trabajar con esta técnica, la cual es comparativamente más económica que otras técnicas, como ablación.
 - La descripción del manual no hace referencia a algún tipo de material específico solo a su forma operativa.
 - Es importante que los equipos que hallan sido desplazados por equipos nuevos y más sofisticados, sigan en funcionamiento, dado que pueden servir como equipo didáctico para la preparación y capacitación.

Referencias

- [1] H. W. Kroto, J. R. Heath y S. C. O'Brian et al; Nature 318 (1985)162
- [2] W. Kratschmer, L. D. Lamb, K. Fostiropoulos y D. R. Hoffman, Nature, 347(1990)354.
- [3] M. S. Dresselhaus , G. Dresselhaus y P. C. Eklund, J : Mater; 8(1993)2054.
- [4] A. F. Hebard, O. Zhou y Q. Zhong et al; Thin Solid Films, 257(1995)147.
- [5] S. Henke, K. H. Thurer y S. Geier. Appl. Physics; A60 (1995)383.
- [6] J. H. Yao, H. J. Zou, X. -W. Zhang y G. -Hau; Thin Solid Films 305(1997)22.
- [7] Y. Yoneda, K. Sakaue y H. Terauchi; Jpn. JAppl. Physics 63(1994)3560
- [8] Y. Z. Li, J. C. Patrin, M. Cder et al ; Science, 252(1991)547
- [9] D. Bernaerts, G. Van Tendeloo, K. Hevesi, F. Grey, J. Bohr; J. Appl. Phys. 80 (1996)6
- [10] J. -C. Li, T. Yu, M. -S. Ye X. -J. Fan; Thin Solid Films 345(1999)236.
- [11] Handbook of Nanostructured Materials and Nanotechnology
Editado por Hari Singh Nalwa. Vol. 1 Ed. Academia Press, pag. 543.
- [12] The materials science of thin films.
Milton Ohring. Ed. Academic Press, pag. 49-sig.

-
-
- [13] Ortiz R.A. "Diseño y fabricación de una celda fotovoltaica de CdS por evaporación" México 1974, clasificación 001-00323-02-1974-19
- [14] M. Jacoby, Chem. Eng. News, April 17(2000)32.
- [15] J. Kong, N. Franklin, C. Zhou, et al, Science, 287(2000)622.
- [16] M. Dai, Phys. World, 13(2000)43.
- [17] Zinke-Allmang M. 1999. Thin Solid Films 346 :1
- [18] Boylestad R. "fundamentos de electrónica" Ed. A.W.
- [19] R. E. Smalley, Presentation "From balls to tubes to ropes: New materials from carbón" AIChem. Enero 4- 1996
- [20] D.m: Poirer, T. R. Ohno, G. H. Kroll, Y. Chem, et al; Science 253(1991)100.
- [21] E. J. Snyder, M. S. Andersen, W. M. Jong, et al; Science 253(1991)71
- [22] H. Yonehara, C. Pac, Appl. Phys. Lett. 61 (50)(1992)575
- [23] Vasilievna K. O; Ortiz m. U;Ciencia Vol. V, N°4(2002)
- [24] Y. Z. Li, J. C. Patrin, M. Chander, J. H. Weaver, L. P. F. Chibante and R. E. Smalley, Science, 252, 547(1991)
- [25] J. H. Weaver and D. M. Poirier, H. Ehrenreich and F. S. Solid State Physics, vol. 4 New York(1994) Academec Press.