



POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

***“SÍNTESIS Y SIMULACIÓN DE LA PREPARACIÓN DE
PELÍCULAS BASADAS EN ALUMINIO Y TITANIO
DEPOSITADAS POR SPUTTERING CON MAGNETRÓN”***

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

P R E S E N T A

Fís. JULIO CÉSAR CRUZ CÁRDENAS

Tutor: Dr. Eduardo Andrade Ibarra



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.

*Bendito el hombre,
quien no teniendo nada importante que comunicar,
se abstiene de darnos evidencia verbal o escrita de ese hecho.*

George Eliot.

*A mis padres
mis hermanos
mi familia y
para los que siempre se recuerdan*

Agradecimientos

En primer lugar al Dr. Stephen Muhl por todo el apoyo, tiempo y dedicación a este trabajo, a mi asesor el Dr. Eduardo Andrade Ibarra, por todas sus enseñanzas, su apoyo.

Al equipo del laboratorio del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM, Miguel Rocha, Eustacio Pérez; Jorge Dorantes; por su apoyo y enseñanzas.

A los miembros del Jurado que con sus comentarios, correcciones, sugerencias y regaños, enriquecieron este trabajo: Dra. Sandra Rodil, Dr. Oscar G. de Lucio, Dr. Enrique Camps y Dr. Dwight Acosta

A los grandes amigos que siempre están ahí cuando se necesitan: Toño, Nayeli, Tona, Chabela, Lecus, Rtm, Maman, Marcky, Rafa, Yorch, R, Ferch, Iván Camps y a mis compañeros del grupo PLASNAMAT del IIM. A todos mis amigos, de la Universidad y de la colonia.

Cualquier persona que pase por la UNAM debe estar agradecido por lo que uno aprende en sus aulas, en especial por la Facultad de Ciencias, Instituto de Física, Instituto de Investigaciones en Materiales (Posgrado en Ciencia e Ingeniería en Materiales, mmmm!).

A la Dra. Corina Solís, por su apoyo al inicio de esto y al soporte recibido de los proyectos de DGAPA IN103312 y IN112609

Gracias totales!!!

Índice

INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO	
1.1 Sputtering	4
1.1.1 Antecedentes	4
1.1.2 Interacción ion-sólido	6
1.1.3 Rendimiento de sputtering	10
1.1.4 Sputtering con magnetrón	12
1.2 Código CO-SS	15
1.2.1 Teoría	15
1.2.2 Desarrollo geométrico	16
1.3 Aceleradores de partículas	20
1.3.1 Antecedentes	20
1.3.2 Ecuación básica asociada	22
1.3.3 Sección transversal de Rutherford	22
1.3.4 Características de las técnicas analíticas de origen nuclear	24
1.3.5 Desventajas	25
1.3.6 Uso en el análisis de materiales	25

1.4	Análisis de espectros RBS	26
1.4.1	Técnica RBS	26
1.4.2	Código SIMNRA	27

CAPÍTULO 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1	Sputtering	29
2.1.1	Diseño de los experimentos	29
2.1.2	Parámetros de los experimentos	31
2.2	Código CO-SS	32
2.2.1	Diseño y parámetros de las simulaciones	32
2.3	Experimentos para el análisis de las muestras	37
2.3.1	Diseño del experimento con el acelerador van de Graaff de 5.5 MeV	37
2.3.2	Parámetros del experimento	38
2.4	Perfilómetro	38
2.4.1	Análisis con el perfilómetro	38
2.4.2	Parámetros del análisis	39

CAPÍTULO 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1	Análisis de las muestras	40
3.1.1	Experimentos con el acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV	40

3.1.2	Mediciones realizadas con el perfilómetro	44
3.2	Comparación entre simulaciones y experimentos	47
3.2.1	Depósitos realizados sólo de un elemento, Al	47
3.2.1.1	Simulaciones y resultados del análisis con el perfilómetro	47
3.2.2	Depósitos realizados de dos elementos, Al y Ti	51
3.2.2.1	Simulaciones y resultados del análisis con el perfilómetro	51
3.2.2.2	Simulaciones y resultados del análisis con el acelerador van de Graaff de 5.5 MeV	68
3.3	Incremento en el rendimiento de sputtering	97
CAPÍTULO 4. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES		106
ANEXO A		111
ANEXO B		120
ANEXO C		122
REFERENCIAS		132

Introducción

Hoy en día las películas delgadas que son formadas por dos o más fases, de materiales diferentes, son de gran interés científico y tecnológico. Tales recubrimientos normalmente consisten de una fase principal, la matriz, y de otra con dimensiones desde unos nanómetros a cientos de micrómetros con formas que van de esferas hasta agujas. Existen varios métodos para producir tales películas de compositos, entre los cuales se encuentra el sputtering con magnetrón, usando dos cátodos, y/o co-sputtering, usando un blanco en forma de mezcla de componentes del composito deseado. Ambas variantes tienen ventajas y desventajas en términos del área que puede ser recubierta, la variación espacial de la composición del composito y el control sobre la distribución del espesor, y dimensiones de las fases. Normalmente para recubrir áreas uniformemente, mayores a unos cuantos milímetros cuadrados, se requiere girar el substrato dentro del área de depósito. Esto representa una complicación significativa para la investigación de compositos en donde hay que hacer experimentos a diferentes temperaturas, composiciones, distancias, potencias de plasma, presiones de gas, así como diferentes mezclas de gases. Una manera de simplificar estos estudios, aprovechando la direccionalidad del proceso de sputtering, es usando un blanco hecho de una mezcla heterogénea de los materiales del composito, de tal forma que sea posible montar diferentes substratos debajo de las diferentes secciones del blanco. Así, un substrato que este justo debajo del material 1 estará compuesto aproximadamente del 100% del material 1 y otro substrato montado justo debajo del material 2 estará compuesto, de igual forma, del material 2. Por lo tanto, en un solo experimento es posible producir depósitos con composiciones que van desde 100% del material 1 a 100% del material 2.

Existen varios grupos de investigación que han simulado el proceso de sputtering con magnetrón. Estos grupos usan programas de cómputo con el método Monte-Carlo para calcular la variación lateral del espesor de una película depositada. Lo que se presenta en este trabajo es un código de simulación analítica para el proceso de sputtering que nos permita calcular la distribución longitudinal de elementos y espesor de una película depositada.

La estructura y composición son las principales características que determinan las propiedades de una película delgada. Pero el espesor puede llegar a ser una necesidad, por ejemplo, en dispositivos ópticos se requieren espesores relacionados con la longitud de onda de la luz, ya que esta propiedad puede definir si una película delgada puede reflejar o transmitir la luz. El desarrollo de un código que pueda predecir propiedades como: distribución de elementos y espesor de una película depositada por sputtering con magnetron de corriente directa, representaría una herramienta muy útil en la optimización de la técnica y un avance en los procesos de manufactura.

Los objetivos del presente trabajo son:

- Desarrollar un código que simule la distribución longitudinal de elementos y espesor de películas delgadas, depositadas por sputtering con magnetron de corriente directa, para un blanco compuesto de Aluminio y Titanio.
- Determinar el exponente " n " como parámetro de ajuste, relacionado con la distribución angular $\cos^n \beta$, de las partículas expulsadas del blanco.

Estos objetivos toman como base la teoría de la técnica de sputtering y la configuración del sistema de depósito. Para lograr estos objetivos se realizaron depósitos de Aluminio y de Aluminio y Titanio, variando la distancia blanco-substrato y para el último caso la relación Al/Ti.

La medición de la distribución de espesor de las películas, en función de la distancia longitudinal del material depositado, fue realizada con un perfilómetro DEKTAK 150. La composición elemental fue determinada por el bombardeo de iones en el acelerador de partículas van de Graaff de 5.5 MeV. La técnica empleada para el análisis de las muestras es denominada Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS), además con esta técnica también se puede dar una aproximación de la distribución de espesor de la película analizada.

Utilizando el código desarrollado se calculó la forma teórica de la distribución longitudinal del espesor de las películas, así como su composición, considerando la distancia blanco-substrato y las relaciones Al/Ti experimentales. Finalmente se hace una comparación de los valores teóricos, obtenidos del código, con los resultados experimentales.

El presente trabajo comienza abordando los principios teóricos y prácticos de la técnica sputtering con magnetrón de corriente directa para el depósito de películas. Después se presentan las bases geométricas y teóricas utilizadas para el desarrollo del código, posteriormente se describe la teoría de la técnica RBS y el software de análisis. En los siguientes capítulos se presentan los detalles del desarrollo experimental, los resultados y análisis. Finalmente se presentan la discusión y las conclusiones.

Por último, cabe mencionar que el código desarrollado se encuentra en línea, en su forma generalizada, con el nombre: CO-SS: CO-Sputtering Simulation. Autores: J. Cruz, S. Muhl y Emmanuel Garcés. Se puede encontrar en la página Wolfram Demonstrations Project:

<http://demonstrations.wolfram.com/CoSputteringSimulationCOSS/>

Capítulo 1

Marco Teórico

1.1 Sputtering

1.1.1 Antecedentes

Las observaciones de Grove, 1852, acerca de depósitos metálicos sobre las paredes de tubos de descarga provenientes de electrodos, son el precedente de la técnica de sputtering para el depósito de películas delgadas [1]. Esta observación fue explotada comercialmente para la manufactura de recubrimientos en espejos. Sin embargo, la falta de reproducibilidad en las propiedades de las películas, debido a las pobres condiciones de vacío y al uso de aire para generar el plasma, limitó su uso. Penning y Mabiús demostraron en 1940 que el rendimiento de sputtering es independiente del producto de la distancia de depósito por la presión, siempre y cuando el camino libre medio sea mucho menor que la distancia de depósito [2]. Tomo casi un siglo después del descubrimiento de esta técnica para que Wehner, 1956, y, Almen y Bruce, 1961, hicieran observaciones que revelaron la naturaleza del proceso y deducir que el origen está en el intercambio de momento entre partículas [3 y 4]. El descubrimiento de la dirección preferencial de los átomos expulsados de un cristal y mediciones acerca de su energía promedio (entre 3 y 5 eV, la cual excede la energía térmica por un orden de magnitud), confirmaron que estos átomos no son resultado de evaporación. Aun más, la distribución angular de las partículas expulsadas depende de la dirección, energía y masa de las partículas incidentes, además del rendimiento de sputtering del blanco, Wehner, 1955 [5]. Sputtering se entiende como la expulsión de partículas de materia condensada debido al intercambio de momento provocado por partículas energéticas incidentes, Sigmund, 1993 [6]. Aunque fotones, electrones y partículas neutras también pueden expulsar átomos de un sólido, el uso de partículas masivas ionizadas es más eficiente, eso hace que las partículas masivas sean el foco de estudio en el proceso de

depósito. Las partículas expulsadas del blanco son generalmente neutras en su estado base pero también se han visto iones y clusters de átomos en el flujo emitido, Urbassek y Hofer, 1993 [7].

Sputtering es un proceso conducido en vacío, la fuente de material es usada como blanco, el sustrato se coloca viendo hacia el blanco y el sistema completo es evacuado a presiones en el intervalo 133×10^{-6} - 133×10^{-10} Pa. Típicamente, gas de Argón se introduce a la cámara en el intervalo de 133 - 133 mPa. El blanco está polarizado negativamente mientras que el sustrato está aterrizado, además se puede controlar la temperatura en ambos. El potencial, entre blanco y sustrato, varía entre 0.1 y 5 keV, permitiendo que se produzca una descarga eléctrica.

Durante un depósito por sputtering, los átomos expulsados del blanco son la materia prima de la película en crecimiento. Esta técnica es utilizada para producir películas cristalinas, aleaciones, microestructuras y superredes. Además, el sputtering tiene otras aplicaciones muy conocidas, como el grabado, la producción de superficies limpias, depositar películas metálicas y aislantes, etc. Además, existen condiciones diferentes bajo las cuales la técnica es llevada a cabo, por ejemplo: sputtering reactivo o polarizado. También se usan diferentes configuraciones: sputtering por haces de iones, DC sputtering, RF sputtering, sputtering con magnetrón, etc.

Con esta técnica se pueden usar diferentes magnetrones con diferentes blancos. Por ejemplo, se pueden usar diferentes blancos simultáneamente para obtener películas de aleaciones, usar diferentes blancos secuencialmente para crear recubrimientos de capas compuestas y, aunado a esto, también se pueden utilizar diferentes gases reactivos para producir películas compuestas.

La técnica ofrece excelente uniformidad en las películas, particularmente sobre áreas grandes. Es posible producir depósitos de películas estables, lograr superficies lisas y controlar el espesor. Otra ventaja es que tiene de las tasas más altas de depósito, comparada con las demás técnicas de depósito de películas delgadas (arco catódico tiene una tasa de depósito superior), y de proporcionar recubrimientos con buena adhesión al sustrato. La simplicidad del proceso y el fácil manejo ofrecen flexibilidad

y personalización, logrando de esta manera su incorporación a la industria manufacturera [8].

1.1.2 Interacción ion-sólido

Para conocer la interacción entre partículas cargadas y átomos de un sólido es conveniente dividir los procesos involucrados en dos categorías, colisiones elásticas e inelásticas. La figura 1.1 muestra los efectos predominantes en la interacción ion-sólido, los cuales son: expulsión y captura atómica, vacancias, reacciones químicas, etc., estos efectos están gobernados por la masa del ion incidente, su ángulo de incidencia, la masa de los átomos del blanco, la textura y orientación del sustrato. Cuando el ion incidente golpea un sólido ocurren diferentes eventos; puede ser retrodispersado del sólido o puede penetrar, perdiendo energía en el camino hasta alcanzar la energía térmica y quedar atrapado dentro de la estructura. La pérdida de energía de los iones incidentes por interacción electrónica, en el sólido, da como resultado la emisión de electrones secundarios, emisión de rayos-x característicos y emisión de fotones ópticos. Este último proceso es inelástico e involucra fenómenos de excitación e ionización. Debido a que la densidad electrónica en el sólido es alta, las colisiones son numerosas y la pérdida de energía puede ser vista como un continuo.

Sólo las colisiones inelásticas contribuyen a la producción de átomos en retroceso, fenómeno descrito más adelante en esta sección. La frecuencia de estas colisiones es más baja, lo cual hace que puedan considerarse dentro del marco de colisiones entre dos cuerpos, satisfaciendo leyes de conservación de energía y momento.

La energía pérdida por colisiones inelásticas está relacionada con el peso atómico A , de los iones incidentes, y se encuentra en el intervalo donde la energía es menor que A keV. Para conocer los eventos que ocurren en un material durante una colisión con iones energéticos, se debe considerar la partición de energía pérdida entre los procesos elásticos e inelásticos. La energía máxima (0.1-1.0 keV) que un ion incidente posee antes de golpear en el blanco es $Q(v_p - v_{cath})$, donde v_p , es el potencial del plasma y v_{cath} , es el potencial aplicado al cátodo.

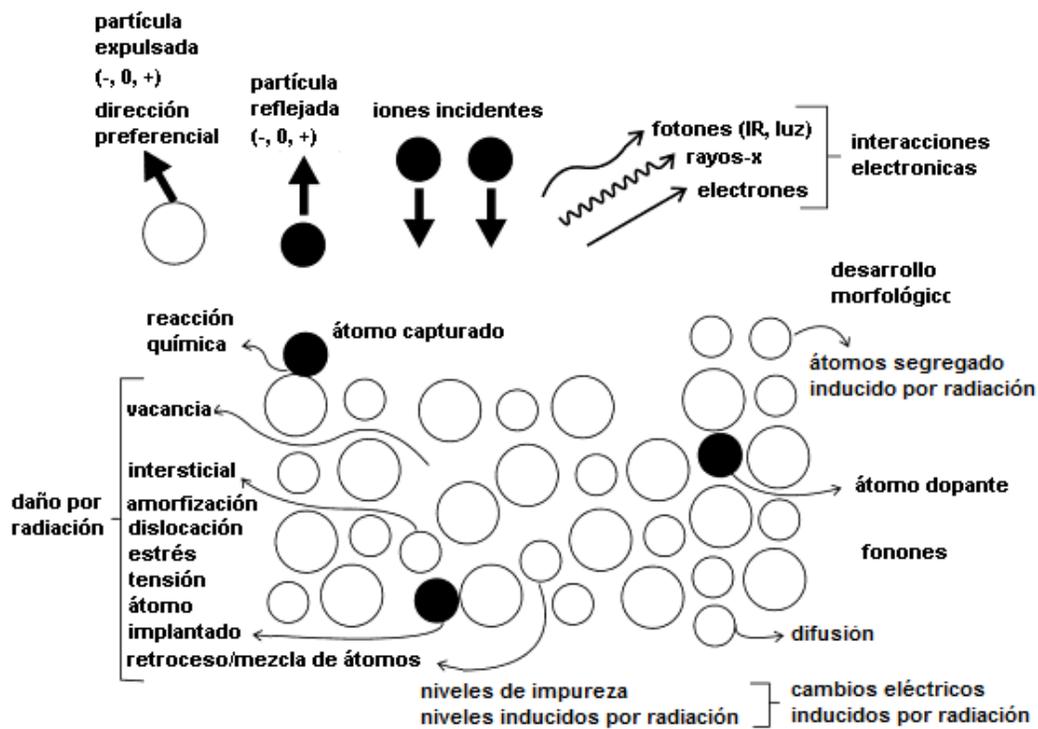


Figura 1.1. Efectos primordiales que se dan en la interacción ion-sólido.

A energías bajas, menores a 1 keV, el primer átomo que encuentra el proyectil recibe la mayor parte de su energía y responde de manera individual, el resto de la energía puede perderla paulatinamente por interacciones electrónicas o en otra colisión. A esta interacción se le conoce como “knock on”. La figura 1.2 muestra la incidencia de un ion que colisiona con átomos de una superficie y provoca la expulsión de otro átomo. La condición para que un átomo logre escapar del sólido, por sputtering, es que su energía debe exceder la energía de enlace superficial de los átomos (2-10 eV).

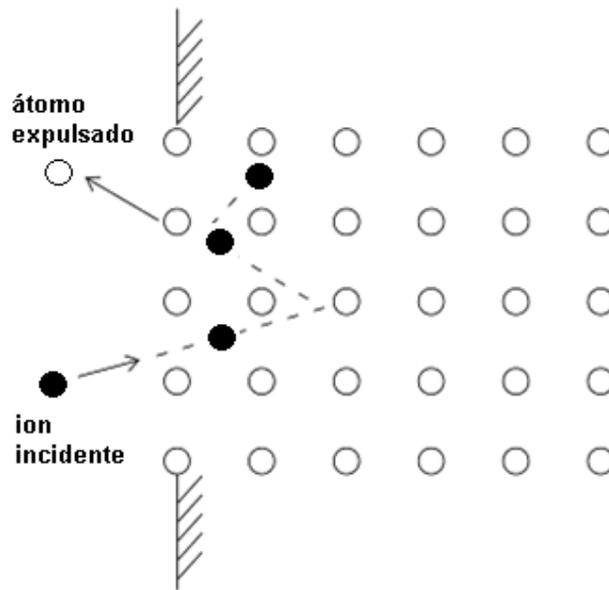


Figura. 1.2. Interacciones a energía baja “knock on”, el ion incidente transfiere su energía provocando la expulsión de un átomo

En el intervalo de 5 a 100 keV, el ion incidente colisiona más de una vez, transfiriendo parte de su energía en cada colisión, lo cual produce una cascada de átomos en retroceso a lo largo de su camino. En muchas de estas colisiones, suficiente energía es transferida para desplazar a los átomos de su posición en el sólido. Estos átomos pueden, a su vez, desplazar a otros de su posición provocando la expulsión de uno o más átomos del blanco. Aunado a esto, habrá una distribución de huecos, átomos intersticiales, etc., alrededor del camino de los iones. La figura 1.3 muestra el desplazamiento de átomos del blanco por un ion incidente. El número de átomos en retroceso producidos en cualquier punto es linealmente proporcional a la cantidad de energía perdida por el ion incidente. La probabilidad de que el ion incidente quede atrapado en el blanco aumenta con la energía y decrece con la masa del ion.

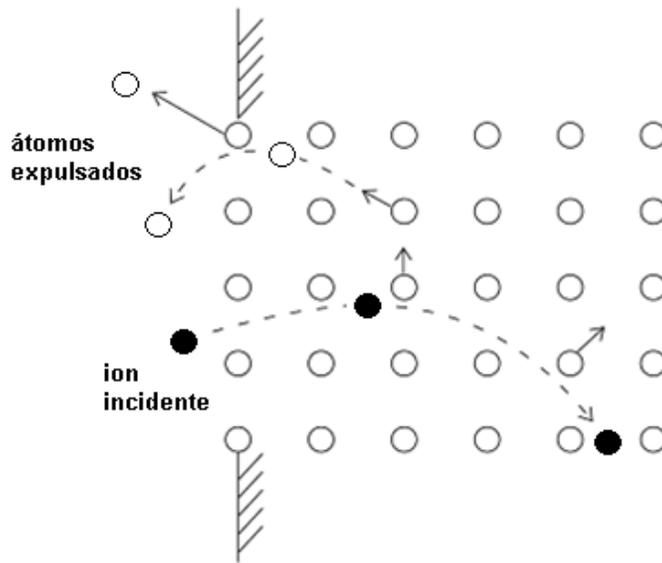


Figura. 1.3. Sputtering por colisiones en cascada lineal. El ion incidente promueve la expulsión de uno o más átomos del blanco.

A energías mayores a 50 keV el ion incidente, que es particularmente pesado, puede poner en movimiento brusco a un bloque entero de átomos a lo largo de su camino. La suposición de colisiones binarias aisladas ya no es aplicable debido a que se forma una “zona caliente”, donde hay interacción entre muchos cuerpos, esta región es conocida como “spike”. La figura 1.4 muestra que en su recorrido, el ion incidente, colisiona con un número grande de átomos promoviéndolos de su posición. En esta región se encuentran átomos que ya están en movimiento y serán encontrados por el siguiente átomo incidente.

A energías mayores a 100 keV uno debe considerar canales de energía inelásticos. El ion incidente interactúa con los electrones en el sólido, excitándolos e ionizándolos. Estas interacciones nos llevan a emisión de electrones, rayos-x característicos y emisión de fotones ópticos [8].

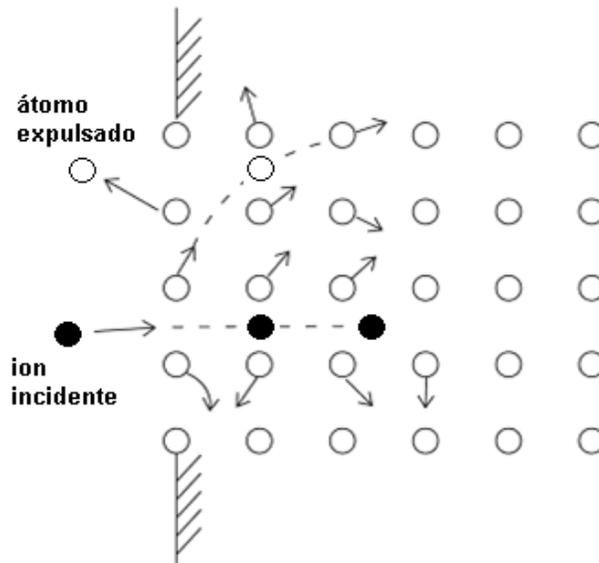


Figura 1.4. Región “spike”, colisión de un ion incidente con un número grande de átomos produciendo sputtering.

1.1.3 Rendimiento de sputtering

El rendimiento de sputtering, Y , es el número de átomos expulsados dividido entre el número de iones incidentes.

$$Y_{sp} = \frac{\text{número de átomos evaporados}}{\text{número de átomos incidentes}} \quad (1)$$

Dicho rendimiento depende de la energía, masa y ángulo de incidencia de los iones, así como de las especies del blanco y su energía de enlace. Además, la cristalinidad y orientación del blanco pueden influir. La temperatura del blanco tiene una influencia despreciable, siempre y cuando esté por debajo de su temperatura de evaporación. La dependencia del rendimiento con la energía del ion incidente tiene un comportamiento característico. Las figuras 1.5a y 1.5b muestran el comportamiento del rendimiento de sputtering en función de la energía para los elementos usados en este trabajo, Al y Ti, para iones de Ar incidiendo a 70° , el recuadro dentro de las gráficas indica un intervalo de energía entre 200 y 500 eV.

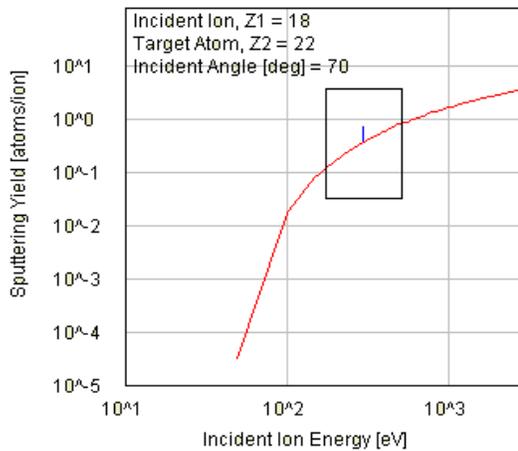


Figura 1.5a. Rendimiento de sputtering del Ti con iones de Ar incidiendo a 70° [9].

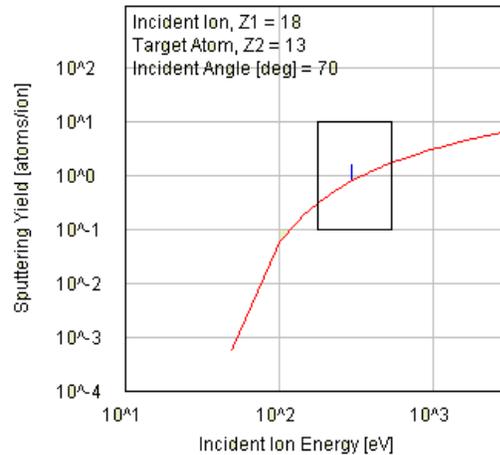


Figura 1.5b. Rendimiento de sputtering del Al con iones de Ar incidiendo a 70° [9].

El rendimiento de sputtering tiene un máximo y después comienza a disminuir paulatinamente, esto quiere decir que el ion penetra muy adentro del sólido y sus efectos no alcanzan a los átomos de la superficie. Además, la probabilidad de una colisión con un núcleo decrece cuando se incrementa la energía del ion y las colisiones son sólo con los electrones, que no generan átomos en retroceso. A bajas energías, el rendimiento es sumamente independiente de la especie del ion incidente. Sin embargo, en el intervalo 0.1-1 keV el comportamiento es aproximadamente lineal, esto puede ayudar a calcular la cantidad de materia expulsada o removida de un blanco y después depositada.

La dependencia del rendimiento de sputtering con el ángulo de incidencia, de los iones de Ar provenientes del plasma, es debida a que estos iones inciden sobre la superficie del blanco en un intervalo entre 0 y 89° , con respecto a la normal a la superficie. El análisis de esta dependencia se realiza haciendo una aproximación con un triángulo rectángulo, siendo el cateto adyacente una línea perpendicular a la superficie y la hipotenusa, la dirección de incidencia de los iones, variando entre 0 y 89° . El resultado de este análisis es la gráfica de la $\sec \theta$, debido a que la hipotenusa toma diferentes valores dependiendo del ángulo de incidencia, pero experimentalmente el rendimiento de sputtering no crece asintóticamente al acercarse a 90° , como lo hace la $\sec \theta$, debido a que a este ángulo no hay incidencia de iones sobre el blanco, sino que decrece abruptamente hasta llegar a cero. La figura 1.6, muestra la dependencia del rendimiento de sputtering con el ángulo de incidencia de los iones de Ar, donde se observa que el

rendimiento de sputtering alcanza su máximo entre 60 y 80°, porque hay mayor incidencia de iones sobre el blanco.

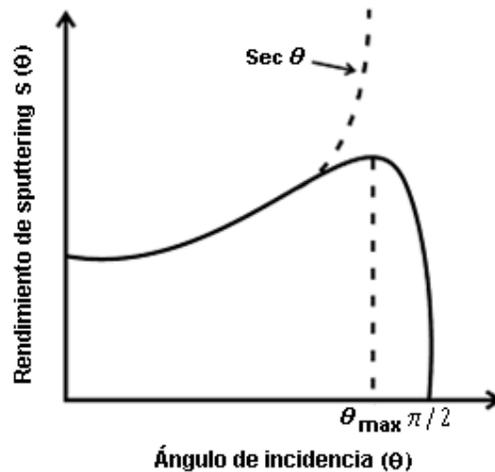


Figura 1.6. Experimentalmente el comportamiento del rendimiento de sputtering cae al aproximarnos a 90°, debido a que a este ángulo no hay incidencia de iones de Ar sobre el blanco.

La superficie, que es bombardeada por iones, puede sufrir cambios topográficos y de estructura debido a varias causas. Si la superficie es plana inicialmente y libre de imperfecciones se espera que continúe así. Sin embargo, si la superficie tiene irregularidades, la variación del rendimiento de sputtering con el ángulo de incidencia de los iones puede llevar a cabo cambios en su topografía. La superficie que es golpeada a ángulos grandes será erosionada rápidamente, por lo tanto, la topografía cambiará con el tiempo. Además, si hay impurezas en la superficie puede haber regiones localizadas con rendimiento de sputtering diferente a regiones vecinas. También, en la superficie se pueden producir dislocaciones, vacancias y defectos de empacamiento, todos estos efectos producen variaciones en el rendimiento y, a su vez, en la topografía. Aunado a esto, la naturaleza de la superficie influye por otras razones, estas incluyen, por ejemplo, la posible existencia de óxido sobre la superficie [10].

1.1.4 Sputtering con magnetrón

La tasa de depósito por sputtering para metales, generalmente, excede los 1000 Å/min., y cuando se trata de no metales, la tasa es de algunos cientos de Å/min., para la configuración de sputtering simple por DC o RF. Sin embargo, esta tasa podría

aumentar, en sputtering simple DC, mediante el uso de electrones.

Es posible incrementar la tasa de ionización, de los átomos de Ar, inyectando una cantidad adicional de electrones, ya sea por emisión térmica o por emisión de campo, con un electrodo independiente. Sin embargo, la eficiencia también puede ser incrementada utilizando un campo magnético. La aplicación de un campo magnético axial en sputtering DC incrementa la longitud del camino de los electrones, debido a que estos realizarán orbitas helicoidales largas en su trayectoria al ánodo. Al mismo tiempo, el campo magnético los mantiene lejos de las paredes de la cámara, reduciendo la pérdida por recombinación. La combinación de campo eléctrico y magnético hace que los electrones permanezcan atrapados cerca del blanco incrementando la ionización del gas, la pérdida de electrones en el ánodo puede ocurrir sólo después de varias colisiones ionizantes. Así, se logra aumentar la tasa de depósito (~ 100 nm/min., para Al [10]), comparado con las versiones DC y RF, sin embargo, el mayor problema es la escasa cantidad de material del blanco que se utiliza. Debido al campo magnético los electrones son confinados en una región pequeña sobre la superficie del blanco, concentrándolos donde las líneas de campo magnético son paralelas a la superficie, eso implica que la erosión del blanco no sea uniforme dando como resultado la formación de un surco, definido como racetrack. El área del racetrack es muy pequeña en comparación con el área del blanco, además, si el proceso de sputtering continua más material es expulsado en esta zona que en cualquier otra. Por lo cual, se precisan diseños especiales del campo electromagnético y blanco para asegurar una erosión más uniforme del blanco. La figura 1.7 muestra el área que concentra mayor densidad electrónica por el efecto del campo electromagnético para sputtering con magnetrón.

En sputtering con magnetrón el sustrato se mantiene libre de bombardeo por electrones. La ventaja principal es la formación de un plasma denso cerca del cátodo a presión baja (0.3 - 5.5 Pa). Esto significa que los iones pueden ser acelerados, del plasma al cátodo, sin pérdida de energía debido a colisiones, dando como resultado un incremento efectivo de la energía cinética promedio de los átomos evaporados.

El efecto del campo electromagnético aumenta el número de colisiones entre electrones y átomos del gas de trabajo, esto permite disminuir la presión de depósito e incrementar la densidad del plasma. Disminuir la presión de trabajo permite a las partículas

expulsadas tener mayor probabilidad de alcanzar el sustrato, sin sufrir colisiones en su trayectoria. Incrementar la densidad del plasma aumenta la densidad de corriente en el blanco, amplificando la tasa de erosión.

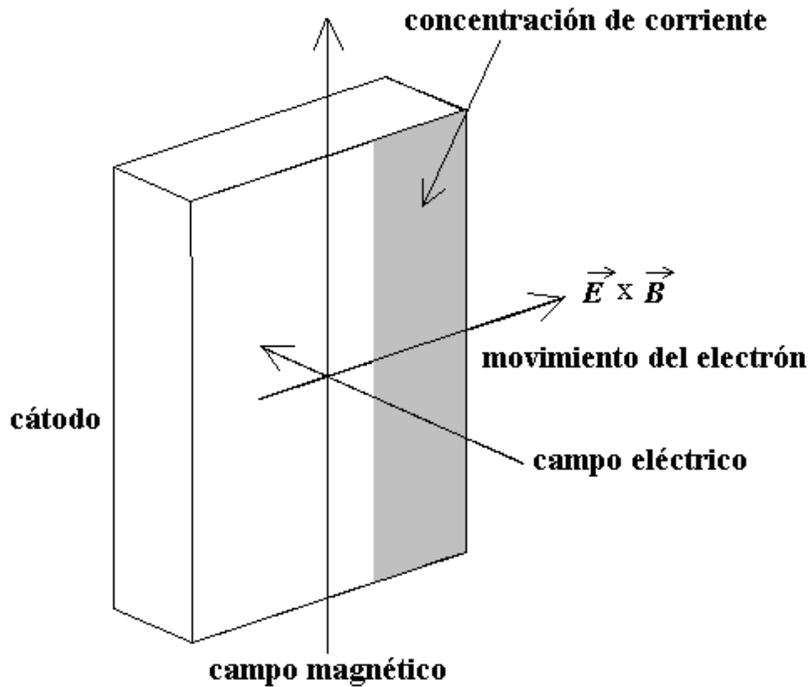


Figura. 1.7. La concentración de corriente usando sputtering con magnetrón debido a la combinación de campos, magnético y eléctrico, produce el racetrack.

La técnica sputtering con magnetrón es un proceso ineficiente, por la escasa cantidad de material utilizado del blanco, sin embargo, esta técnica domina la producción industrial de metales y aleaciones debido a su rapidez y precio. Ya que se pueden hacer depósitos sobre áreas grandes con poco calentamiento del sustrato y las películas depositadas pueden ser policristalinas o amorfas. Su uso se encuentra en diferentes sectores de la industria, por ejemplo, en la industria eléctrica se usa para hacer contactos eléctricos en una gran variedad de sustratos semiconductores y para interconexiones, en la industria automotriz se usa para la metalización de partes plásticas y en el sector alimenticio se usa para metalizar bolsas y, de esta forma, para mantener frescos los alimentos, además, se usa para recubrimientos ópticos y joyería [8].

1.2 Código CO-SS

1.2.1 Teoría

En la literatura podemos encontrar que existen diferentes programas de cómputo que simulan la cantidad de material depositado sobre un sustrato para la técnica de sputtering con magnetrón, dichos programas tienen como principal característica usar simulaciones Monte-Carlo. En este trabajo se propone una solución analítica del proceso utilizando una relación para simular la distribución longitudinal de elementos y espesor de una película depositada sobre un sustrato.

La teoría cinética de los gases predice que un flujo molecular de vapor que pasa a través de un hueco es direccionado o dirigido de acuerdo a la ley de distribución angular $\cos \beta$ [11]. Sin embargo, en mediciones que requieren mayor precisión se ha encontrado que una distribución tipo $\cos^n \beta$, puede llegar a ser más realista. Físicamente el exponente “ n ” relaciona la geometría de la fuente evaporada con la distribución angular del flujo evaporado [10]. Cuando los valores de “ n ” son cercanos a 0.5 la forma de la distribución angular es conocida como “heart-shape”, al acercarse a 1 se conoce como “under-cosine” y mayor a 1 como “over-cosine” [12], figura 1.8.

La distribución angular de los átomos expulsados depende de la energía del ion incidente, para un blanco compuesto de un sólo elemento, no obstante, en este trabajo el blanco está compuesto de dos elementos con número atómico y densidad diferente, debido a esto se analizará como es la distribución angular de los átomos expulsados de cada elemento para una energía fija.

Físicamente, la situación más simple para modelar es suponer cada punto, sobre el blanco, como una fuente puntual. Así, la superficie fuente es una superposición de muchas fuentes puntuales que contribuyen al flujo de material evaporado. Entonces, la evaporación de un área extendida o una superficie fuente, en este caso el racetrack, es el problema a solucionar. Por lo tanto, lo que se propone es resolver geoméricamente la distribución angular $\cos^n \beta$.

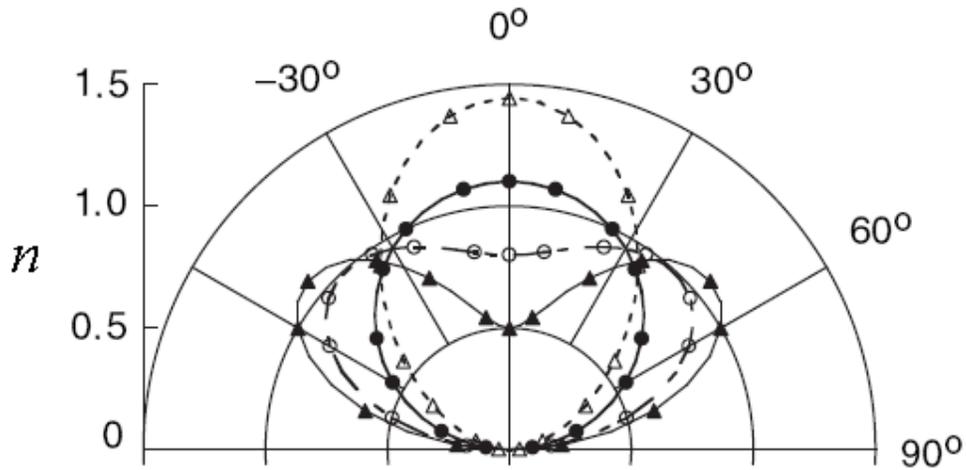


Figura 1.8. Distribución angular $\cos^n \beta$ para diferentes valores del exponente “ n ”. La línea continua con triángulos es la forma “heart-shape”, la línea punteada con círculos es la forma “under-cosine”, la línea continua con círculos es simplemente “cosine” y la línea punteada con triángulos es “over-cosine” [12].

1.2.2 Desarrollo geométrico

La posición del cátodo y el ánodo, del sistema de sputtering usado en el presente trabajo, nos permiten hacer el análisis geométrico que será la base para la construcción del código de simulación. La figura 1.9a, muestra un esquema de la configuración el sistema de sputtering con magnetrón, en esta se observa la posición del blanco, compuesto de Al, en color amarillo, y Ti, en color verde, cara a cara con el substrato, en color azul, además, del racetrack. El diseño experimental será descrito a detalle en el capítulo 2.

La figura 1.9b, nos muestra el arreglo geométrico en que se basa el código, para un blanco compuesto de dos materiales diferentes. En la parte inferior del esquema se observa un plano cartesiano, en él se encontrará el substrato. En la parte superior, a una distancia z , se encontrará el blanco y, delimitado por las circunferencias las $R1$ y $R2$ y de color gris, el racetrack. La aportación de cada material, al racetrack, será acotada por L .

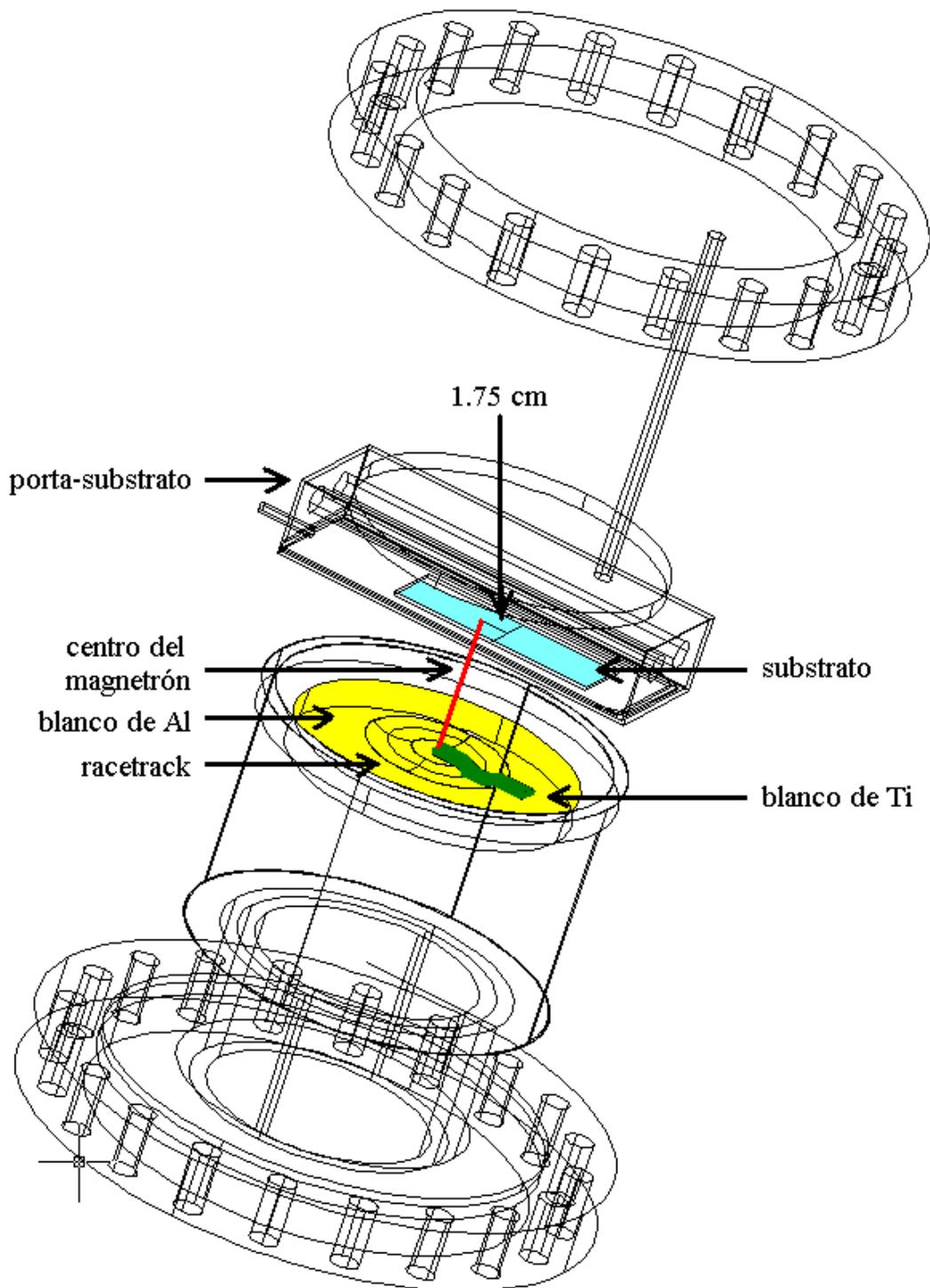


Figura 1.9a. Sistema de sputtering con magnetrón DC usado en el presente trabajo, escala 1:0.6.

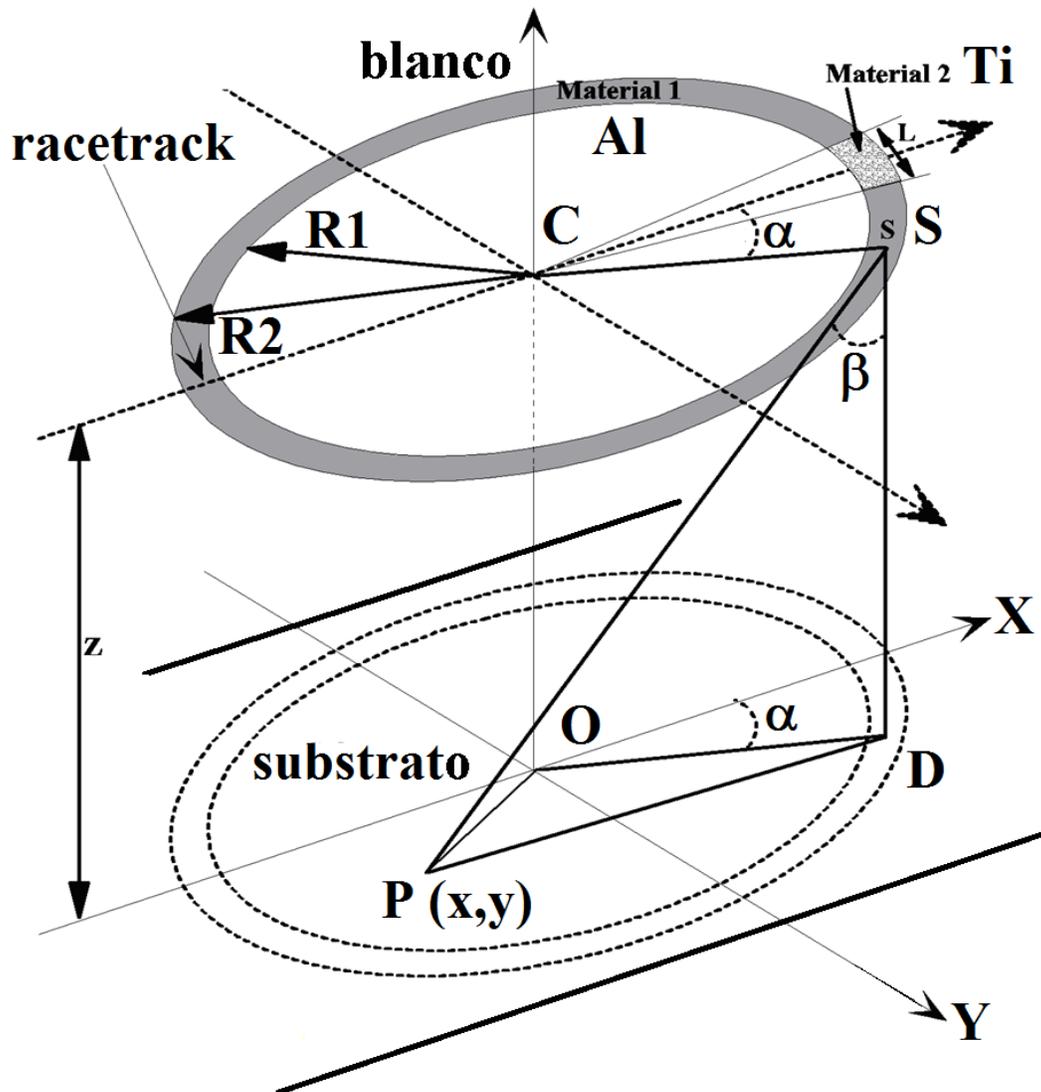


Figura 1.9b. Diseño geométrico experimental para el desarrollo del código. Las variables geométricas tienen significado físico aplicable a los sistemas de depósito por sputtering con magnetrón.

(Diseño invertido, con respecto a la figura 1.9a)

Con base en la figura 1.9b, podemos hacer el siguiente desarrollo geométrico, partiendo del triángulo ODP , sobre el sustrato:

$$0 = \overline{PD} + \overline{DO} + \overline{PO} \quad (2)$$

$$\overline{PD} = \overline{OD} - \overline{OP} \quad (3)$$

Redefiniendo los segmentos \overline{OD} y \overline{OP} , con $r = R2 - R1$, el ancho del racetrack, tenemos:

$$PD = (r * \cos \alpha - x)\hat{X} + (r * \sin \alpha - y)\hat{Y} \quad (4)$$

La ecuación 4, es importante porque nos ayuda a barrer toda el área del sustrato, acotándolo, por ejemplo, a un cuadrado de 10 x 10 cm, con las componentes \hat{X} y \hat{Y} . Estas componentes son las variables que utiliza el código en la parte geométrica. Ahora definimos la distancia blanco- sustrato como:

$$SD = z \quad (5)$$

Con z como variable experimental, entonces la hipotenusa del triángulo SPD es:

$$|SP| = \sqrt{((r * \cos \alpha - x)^2 + (r * \sin \alpha - y)^2 + z^2)} \quad (6)$$

Y como habíamos mencionado, en la sección 1.2.1, estudiaremos la siguiente relación.

$$\cos^n \beta = \left(\frac{z}{|SP|} \right)^n \quad (7)$$

Sí integramos la ecuación 7 con variable de integración α , ya que α delimita la razón entre los materiales 1 y 2, calculamos el área bajo la curva. Ahora, cada cálculo toma valores específicos para “ x ” y “ y ”, es decir, coordenada a coordenada sobre el sustrato. “ r ” barrerá transversalmente, en intervalos regulares, el ancho del racetrack. De esta manera, evaluamos la aportación de cada material en la película depositada.

Con base en lo antes mencionado, proponemos el flujo de átomos en el punto P, como Φ :

$$\Phi = Y_{sp} * \cos^n \beta \quad (8)$$

Donde Y_{sp} , es el rendimiento de sputtering. La relación 8, es la base del código desarrollado porque así calculamos la distribución longitudinal de elementos y espesor

de una película depositada sobre un sustrato de 10 x 10 cm. Al multiplicar $\cos^n \beta$ por Y_{sp} , obtendremos para cada coordenada diferentes valores de los átomos expulsados del blanco del punto S. Esto formará sobre el sustrato una película donde la distribución longitudinal de elementos y espesor dependerá del punto P que se calcula, es decir, de la posición. En este trabajo se mantiene “y” fija ($y = 0$) y se hace un barrido en x, de -10 a 10 cm, este argumento es válido si tomamos en cuenta la geometría circular del racetrack (la coordenada 0,0 en las simulaciones representa el centro del sustrato). Cabe mencionar que los cálculos que hace el código son independientes del tiempo.

Además del proceso de sputtering el código desarrollado considera, para la película en crecimiento, el coeficiente de pegado (sticking coefficient) igual a 1 para ambos elementos. Considerarlos diferentes a este valor implicaría un estudio amplio sobre las características del sustrato, materiales a depositar, condiciones de trabajo, etc. [13].

Aunado a esto, el código no considera la interacción de los átomos expulsados del blanco con el plasma y/o con el gas de trabajo. Para tomar en cuenta este tipo de colisiones se tendría que desarrollar un código aparte o buscarlo y adherirlo a este, ambas cosas están fuera del alcance de este trabajo y simplemente no se consideran. Además, bajo las condiciones usadas en este trabajo (definidas en el capítulo 2), los átomos expulsados del blanco no sufrirán colisiones en su trayectoria al sustrato, ya que el camino libre medio para Ti es de 5 cm, y para Al es de 9.3 cm.

1.3 Aceleradores de partículas

1.3.1 Antecedentes

El antecedente principal para el desarrollo de aceleradores está relacionado directamente con el experimento que realizaron en 1911, Marsden y Geiger, alumnos de Rutherford. El experimento consistió en bombardear con partículas α , provenientes de una fuente radiactiva (polonio), una laminilla (película delgada) de oro. La interpretación de dicho experimento los llevó al conocimiento de la existencia del núcleo atómico [14 y 15].

Los experimentos que se realizan con un acelerador de partículas son análogos al que se ilustra en la figura 1.10. La figura presenta una “película delgada” (blanco) de espesor t (cm), con densidad atómica N (átomos/cm³) y número atómico Z . La película es bombardeada con un número C de partículas de masa “ m ”, provenientes de un haz que incide perpendicularmente. Un detector, con ángulo sólido $\Delta\Omega$, es colocado a un ángulo θ , con respecto a la dirección del haz, este el número H , de partículas producidas por el bombardeo y además determina su energía cinética.

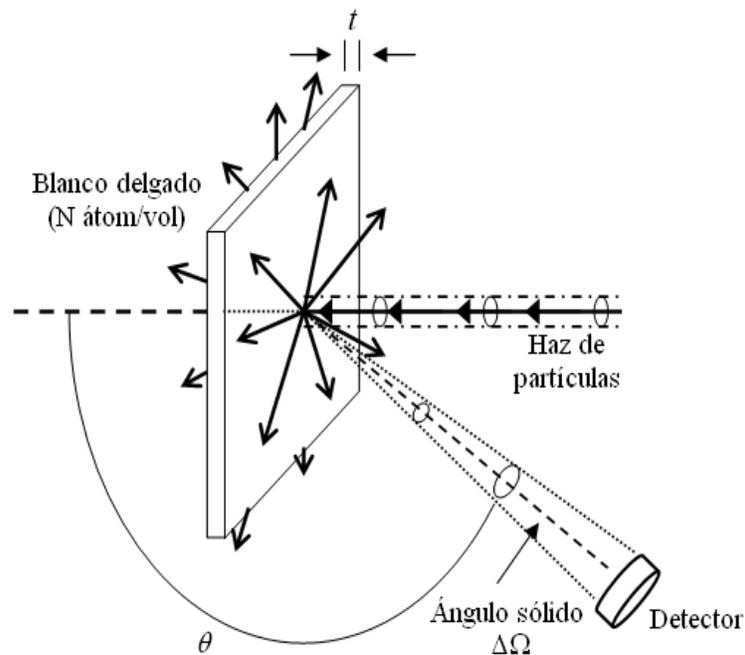


Figura 1.10. Diagrama del experimento de Marsden y Geiger. Un haz de partículas monoenergéticas incide sobre un blanco y son retrodispersadas.

Entonces, un acelerador de partículas se puede definir como un instrumento que genera un flujo (haz) monoenergético de iones (protones, deuterones, alfas, oxígeno, oro, etc.), con energía de algunos MeV/uam. El usuario puede seleccionar el tipo de ión, energía (cinética), intensidad de haz (corriente del haz), etc.

1.3.2 Ecuación básica asociada

La ecuación básica utilizada para experimentos con aceleradores que relacionan los parámetros mencionados en la figura 1.10, es la siguiente:

$$H = C \cdot \Delta\Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi, z, m, Z, M) N \cdot t \quad (9)$$

La ecuación 9, también se usa para definir el concepto de sección transversal “ $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ ”, que puede ser medida experimentalmente si t y N , son conocidos, ya que H , C y $\Delta\Omega$, son parámetros que se pueden obtener experimentalmente.

1.3.3 Sección transversal de Rutherford

Rutherford dedujo una ecuación analítica para la $\frac{d\sigma}{d\Omega}$, cuando son colisiones elásticas entre el ión incidente y los núcleos bombardeados [16]. La hipótesis idealiza a iones y núcleos, como esferas rígidas con carga eléctrica. El proyectil tiene carga Z_1e , radio R_1 y masa M_1 , y el núcleo blanco tiene carga Z_2e , radio R_2 y masa M_2 . También supone que la energía cinética E_0 del ion, es lo suficientemente baja de forma tal que la única fuerza que actúa entre ellos, es la fuerza coulombiana:

$$\vec{F}_{12} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{r^2} \right) \hat{r} \quad (10)$$

siendo r , la distancia entre las dos partículas y \hat{r} un vector unitario que define la dirección de la fuerza.

Las hipótesis que usó Rutherford para deducir su ecuación, se pueden discutir haciendo referencia a la figura 1.11.

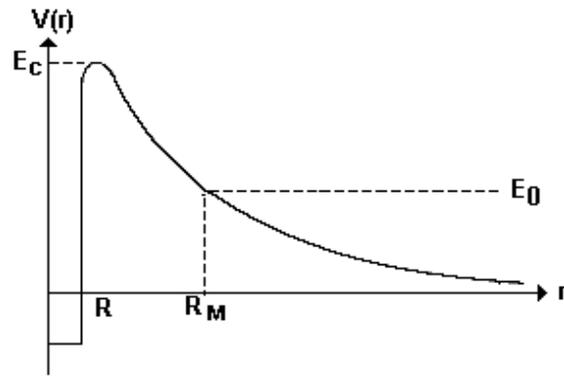


Figura. 1.11. Gráfica entre el potencial coulombiano repulsivo y el potencial nuclear atractivo de una interacción entre el núcleo y la partícula incidente en función de la distancia.

La figura 1.11, representa la conservación de la energía del sistema proyectil-núcleo blanco. E_0 representa la energía total del sistema y es igual a la energía cinética del ión incidente cuando $r = \infty$. Para energías no relativistas, $E_0 = \frac{1}{2}M_1v^2$, donde v es la velocidad del proyectil. $V(r) = \frac{Z_1Z_2e^2}{r^2}$, es la energía potencial coulombiana del sistema. En la figura el pozo de potencial es un modelo para representar el carácter atractivo de las fuerzas nucleares las cuales son experimentadas por el proyectil, si $r \leq R$.

La energía potencial coulombiana de dos esferas cargadas en contacto E_c , está dada por:

$$E_c = V(R_1 + R_2) = \frac{Z_1Z_2e^2}{R_1 + R_2} \quad (11)$$

A E_c se le denomina energía de la barrera coulombiana. Si $E_0 < E_c$ la fuerza repulsiva coulombiana impedirá que el proyectil toque al blanco, logrando así que la hipótesis de la ecuación de Rutherford sea válida. Es importante señalar que pueden ocurrir reacciones nucleares cuando $E_0 > E_c$.

Considerando $E_0 < E_c$ Rutherford dedujo la siguiente expresión analítica para la sección transversal diferencial [17]:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left[\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2 E_0 \sin^2 \theta} \right]^2 \frac{\left\{ \cos \theta + \left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \sin \theta \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \right\}^2}{\left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \sin \theta \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}} \quad (12)$$

La ecuación 12, es la sección Rutherford y cuando es aplicable en el análisis de materiales, la técnica tiene por nombre: Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS).

1.3.4 Características de las técnicas analíticas de origen nuclear

Las técnicas analíticas de origen nuclear, TAON, son muy versátiles y pueden resolver problemas de análisis de materiales, sus principales características son:

- 1) Son técnicas no destructivas.
- 2) Son técnicas multielementales, es decir, se pueden deducir simultáneamente las concentraciones de todos o la mayoría de los elementos que constituyen la muestra.
- 3) Son sensibles a la medición de los “perfiles” de concentración de elementos dentro de la muestra. Se denomina perfil a la concentración de elementos como función de la profundidad, con respecto a su superficie.
- 4) Son técnicas cuantitativas absolutas. Se pueden determinar concentraciones y perfiles de los elementos. Por lo anterior, no se requiere el uso de materiales estándares para calibración.
- 5) El tiempo de bombardeo depende de la sección eficaz, intensidad del haz, tipo de muestra, etc., pero generalmente es de unos minutos, 1-10 minutos.
- 6) Existen programas de cómputo que sirven para analizar los espectros de energía de las muestras bombardeadas.

1.3.5 Desventajas

- 1) Se requiere de la instalación de un acelerador de partículas, que se considera de alto costo.
- 2) Estas técnicas, aunque ya son consideradas como rutinarias, requieren un grado alto de especialización para seleccionar la TAON adecuada para realizar el análisis de un material complejo. Sin embargo, ya se pueden adquirir aceleradores para, prácticamente, cada TAON por separado.
- 3) Estas técnicas no son sensibles a la composición química de los elementos en la muestra, ya que sólo se determinan porcentajes atómicos de las concentraciones. Por ejemplo, en el caso de películas de óxido de hierro, la técnica no reconoce cuantas moléculas son de FeO o de Fe₂O₃.

1.3.6 Uso en el análisis de materiales

Los aceleradores de energía baja (≤ 100 MeV) se usaron inicialmente para medir secciones de reacciones nucleares y también para generar datos presentados en las Tablas Nucleares. Esta actividad se realizó desde que fueron desarrollados los primeros aceleradores, en 1931, hasta la década de los 70. Muchos de estos aceleradores se convirtieron en infraestructura obsoleta para su uso en física nuclear, ya que se consideró que la mayoría de estas investigaciones ya se habían realizado. Sin embargo, a finales de esa década se dio inicio a nuevos usos, siendo los principales: la modificación de materiales por implantación de iones, irradiación de materiales con haces de electrones para producir cambios químicos, esterilización de materiales de uso quirúrgico con haces de electrones, producción de aislantes dieléctricos, modificación superficial de materiales con irradiación de iones pesados, implantación de B, P y As en Si para la producción de chips electrónicos y microcircuitos electrónicos, análisis elemental de materiales por el bombardeo con iones, etc. De todos estos usos, el que interesa en esta tesis es el de análisis de materiales por el bombardeo con iones [18].

1.4 Análisis de espectros RBS

1.4.1 Técnica RBS

La figura 1.12, representa una simulación calculada (línea azul) de una película, compuesta de Aluminio y Titanio, bombardeada con un haz de $^4\text{He}^+$, de energía 2000 keV, el detector, de barrera superficial, se situó a un ángulo $\theta = 165^\circ$. La líneas, verde y café, representan al Ti y Al, respectivamente, la demás líneas son los elementos que componen al sustrato (vidrio). La simulación del espectro se obtiene usando el programa SIMNRA, con el cual se determinó la concentración atómica en % de la muestra.

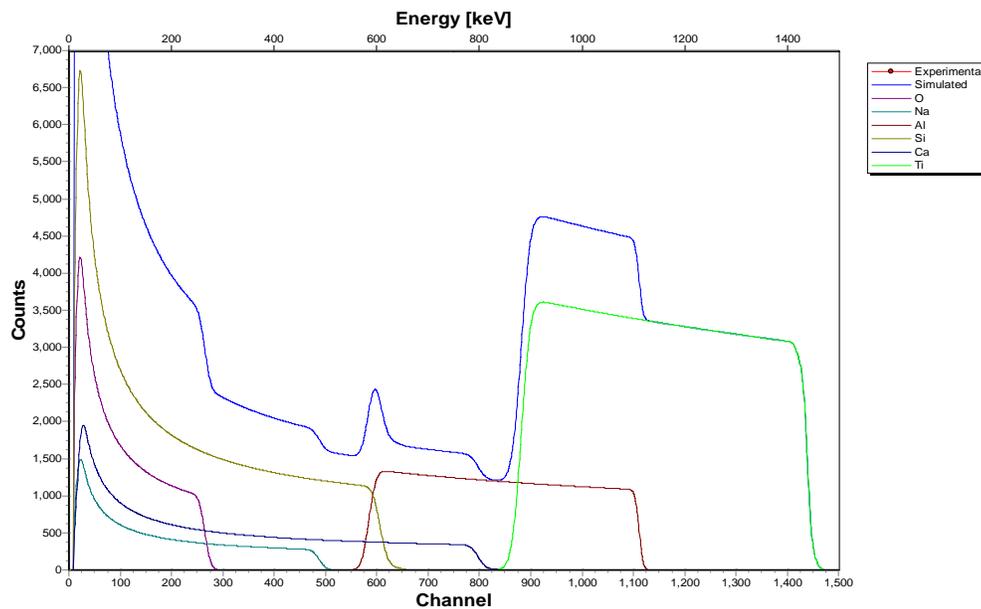


Figura 1.12. Espectro RBS simulado de una película AlTi sobre un sustrato de vidrio.

La simulación del espectro, de la figura 1.12, se hizo usando secciones RBS, que describen la dispersión elástica de los proyectiles del haz con los núcleos. Las concentraciones de los elementos que componen la película son Aluminio 50% y Titanio 50%, el espesor de la película es de 5000×10^{15} átomos/cm². Los elementos que componen al sustrato son: Oxígeno, Silicio, Sodio y Calcio.

1.4.2 Código SIMNRA

Este paquete básicamente es un programa de simulación y fue desarrollado por Matej Meyer del Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, en Garching, Alemania [19]. Algunas TAON que se pueden manejar con este paquete son: Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS), Elastic Backscattering Spectrometry (EBS), Nuclear Reaction Analysis (NRA) y Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA).

El método de simulación es de prueba y error, el usuario propone una estructura de blanco y SIMNRA calcula un espectro teórico que se muestra como línea continua y se gráfica sobre el espectro experimental para su comparación. La composición del blanco que reportamos es cuando existe una buena concordancia entre el espectro experimental y el calculado por el software.

En SIMNRA el usuario introduce el espectro de energía, obtenido experimentalmente del análisis con un acelerador de partículas, como un archivo ASCII, cuya estructura es de dos columnas, siendo la primera: el número de “canal” y la segunda el número de cuentas/canal. Otra información que debe introducirse son las condiciones de como se realizó el experimento, las cuales son: partículas (p, d, α , etc.), energía, la calibración de energía del detector y el producto del número total de partículas por el ángulo sólido del detector, la resolución en energía, así como el ángulo de dispersión θ , en el que se coloca el detector, entre otros. En la simulación del espectro el usuario crea teóricamente la composición de un blanco. En el caso de que el blanco sea “grueso”, este se puede dividir en muchas capas, cuyo espesor total se especifica en múltiplos de monocapas. La unidad de una monocapa es 10^{15} átomos/cm². En cada una de estas se especifica la concentración atómica en % de los elementos que la constituyen [20].

La figura 1.13, muestra el espectro de energía RBS (puntos negros), con simulación (línea roja), de un experimento, usando un haz de $^4\text{He}^+$ con energía de 1.0 MeV, que inciden sobre una lamina de oro de 100 nm de espesor, a un ángulo de detección $\theta = 165^\circ$.

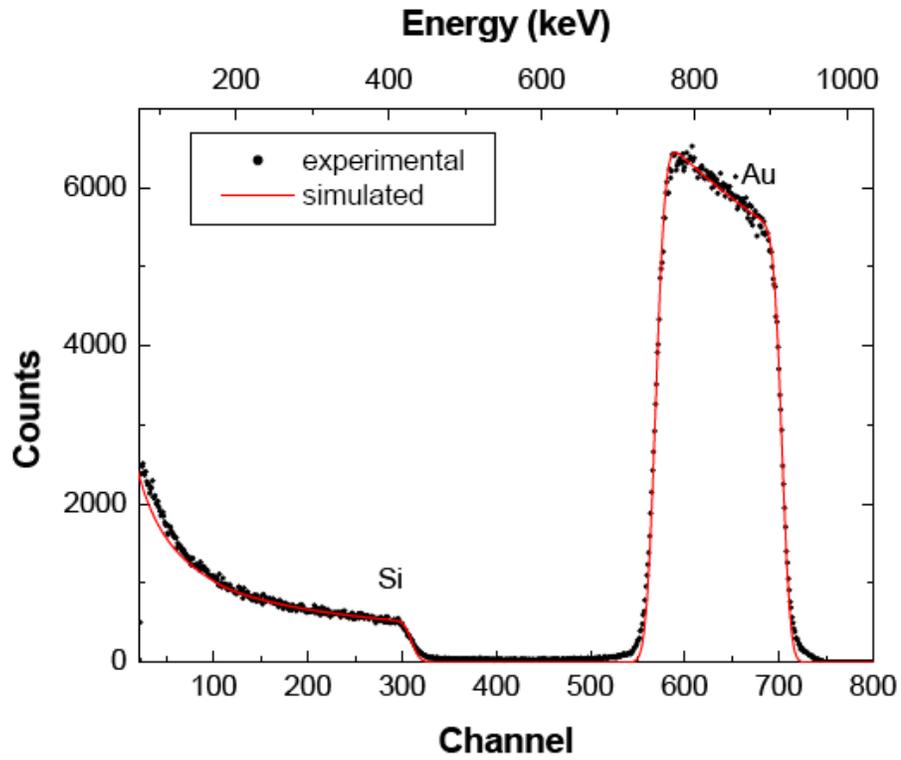


Figura 1.13. Simulación RBS de una película de Au producida sobre un sustrato de silicio.
 El espesor de la película y la composición se obtiene de la simulación.

Capítulo 2

Desarrollo Experimental

2.1 Sputtering

2.1.1 Diseño de los experimentos

Los depósitos se realizaron en el equipo de sputtering con magnetrón de corriente directa del laboratorio de síntesis L-E-006, del grupo PLASNAMAT, que se encuentra en el edificio E, del IIM de la UNAM. Para crear un blanco compuesto de Aluminio y Titanio, se montaron trozos rectangulares de Titanio (99.99%), de uno en uno, encima del racetrack del blanco de Aluminio de 4" de diámetro (99.99%), ver figura 2.1. Las dimensiones de las piezas de Titanio son: 0.7 cm de ancho, 2.5 cm de largo y 0.1 cm de espesor. Los substratos fueron porta-objetos de vidrio de 2.5 cm de ancho y 7.5 cm de largo.

El área relativa Al/Ti fue calculada utilizando únicamente el área del racetrack del blanco de Al y no toda su superficie. Después al colocar las piezas de Ti, encima del blanco, se veía su contribución al área del racetrack, ya que el código CO-SS sólo toma en cuenta las contribuciones de cada elemento sobre el racetrack. Así, al agregar piezas de Ti, sobre el racetrack de Al, varía la contribución de cada elemento, disminuyendo para Al y aumentando para Ti. Para el caso de una pieza de Ti, el área relativa Al/Ti, fue 0.07, para dos piezas 0.15, y para tres 0.30, en cada caso se realizaron depósitos para tres distancias blanco-substrato: 2, 3 y 5 cm, las piezas de Ti se colocaron debajo del área del substrato, ver figura 2.2. Además se realizaron depósitos sólo de Al para las mismas distancias blanco-substrato.

Por la configuración de nuestro sistema, es decir, la ubicación del porta-substrato y el blanco, el substrato se encuentra recorrido hacia una orilla del blanco, justo del lado donde se encuentra la pieza de Titanio, aproximadamente 1.75 cm, con respecto al centro del blanco, ver figuras 2.2 y 1.9a (capítulo 1).

Los substratos tuvieron un tratamiento de limpieza ultrasónica, el cual consistió en dos pasos de veinte minutos cada uno, el primero se realizó con jabón industrial y el segundo con acetona, al final fueron limpiados con iso-propanol.

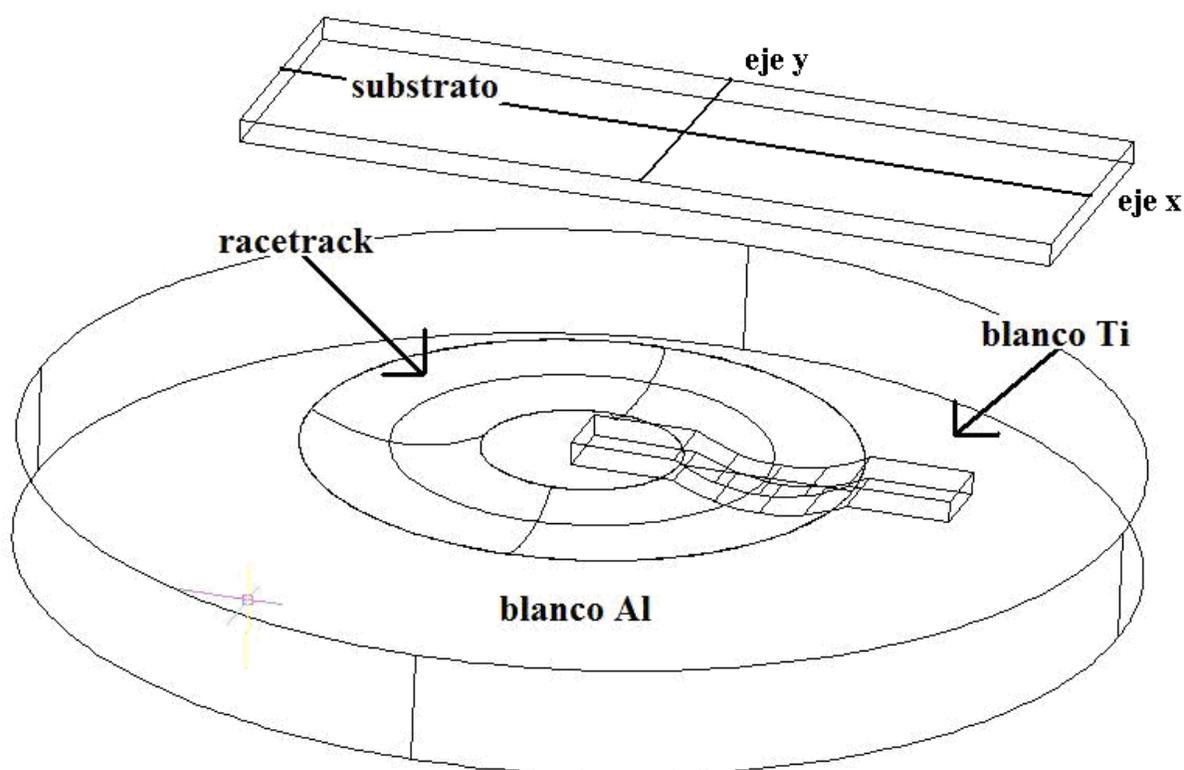


Figura 2.1. Diseño para un blanco compuesto de un blanco de Al y una pieza rectangular de Ti, escala 1:1.3.

Como ya se mencionó en la sección 1.2.2, capítulo 1, el análisis realizado en este trabajo tanto para las películas depositadas, por la técnica sputtering con magnetrón de corriente directa, como para los depósitos simulados, con el código CO-SS, se lleva a cabo sobre el substrato barriendo el eje “x”, manteniendo fijo el eje “y”, en $y = 0$.

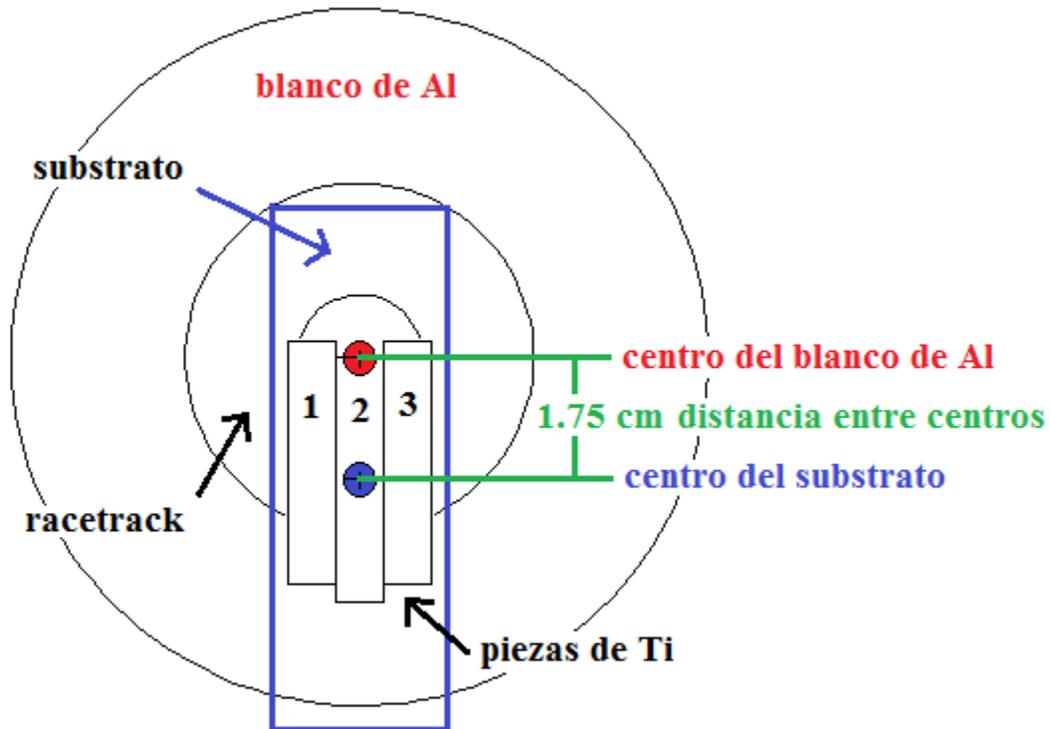


Figura 2.2. Vista superior del experimento, escala 1:1.

2.1.2 Parámetros de los experimentos:

- Presión base: $< 10^{-6}$ torr
- Presión de trabajo: 30.0 mtorr
- Flujo Ar: 20.0 sccm
- Distancia blanco-substrato: 2, 3 y 5 cm. *
- Potencia: 40.0 watts
- Corriente: 0.14 ampers
- Voltaje: 300.0 volts
- Depósitos de Al y Ti: Áreas relativas Al/Ti, 0.07, 0.15 y 0.30. **
- Depósitos de Al
- Tiempo de depósito: 15.0 minutos

*Incertidumbre: 0.0025 cm. **Incertidumbre: área relativa 0.07: 0.012, área relativa 0.15: 0.017 y área relativa 0.30: 0.027.

2.2 Código CO-SS

2.2.1 Diseño y parámetros de las simulaciones

El código desarrollado está basado completamente en la configuración del sistema, usando los parámetros del experimento y rendimiento de sputtering de los materiales. Por ejemplo, las distancias $R1$ y $R2$, que representan el ancho del racetrack, son 0.9 y 2.5 cm, respectivamente. Las distancias entre el blanco y el sustrato z , fueron 2, 3 y 5 cm. Las áreas relativas son: 0.07, 0.15 y 0.30.

El programa calcula la integral del $\cos^n \beta$, los límites de integración dependen de la aportación de los elementos que componen el blanco en el racetrack. El resultado de cada integral lo multiplica por el rendimiento del Al y Ti (ecuación 8, sección 1.2.2, capítulo 1).

Al realizar la integral el programa suma en cada coordenada, “x” y “y”, del sustrato, la emisión del material evaporado que le llega (ecuaciones 7 y 8, capítulo 1). Al final, después de realizar todos los cálculos, el programa despliega una gráfica, donde observamos la distribución longitudinal de elementos y espesor de la película. En esta gráfica, el eje “x” muestra la posición longitudinal analizada, sobre el sustrato, en cm, y el eje “y”, el “espesor” en unidades arbitrarias. La figura 2.3, muestra una simulación hipotética realizada con el código de un “depósito” de Al y Ti. La línea azul y verde muestran la cantidad de Al y Ti depositados, respectivamente, la roja la suma de estas, que sería el “espesor” de la película. En la parte superior de la gráfica se ven los parámetros utilizados para la simulación. El cero en el eje “x” corresponde al centro del blanco de Al, ver figura 2.2.

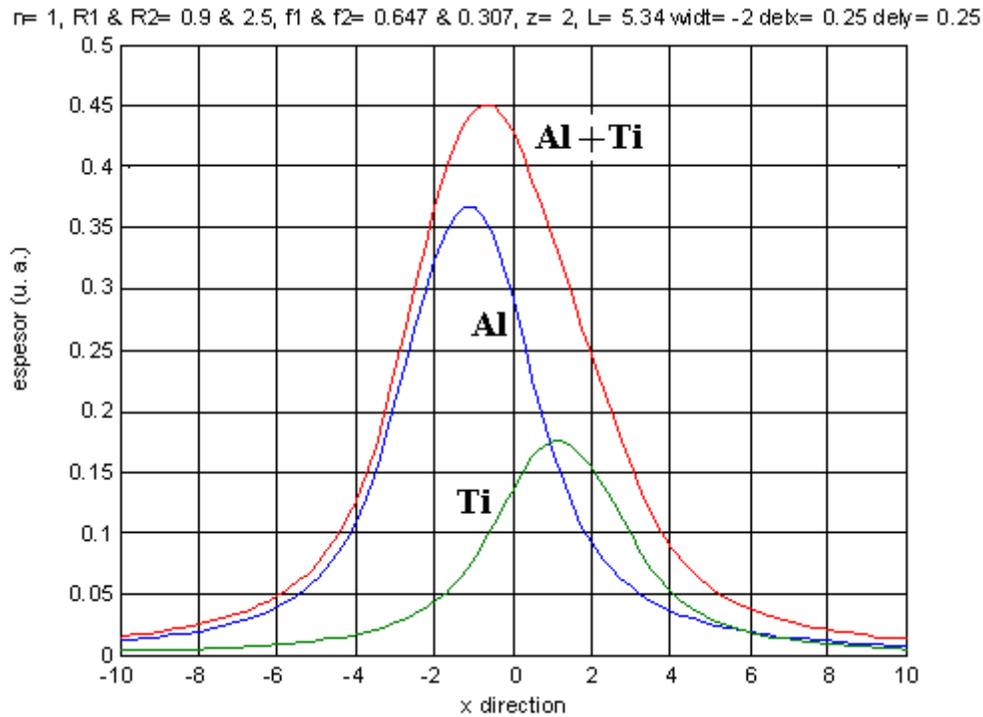


Figura 2.3. La simulación hipotética de un depósito, realizado por sputtering con magnetrón de corriente directa, de Al y Ti.

Los valores utilizados para la simulación hipotética de la figura 2.3 son:

- $n = 1$, exponente de la distribución angular $\cos^n \beta$, para ambos elementos.
- $R1 = 0.9$ y $R2 = 2.5$, definen el ancho del racetrack y, por lo tanto, su área.
- $z = 2$, distancia blanco-substrato.
- $f1 = 0.647$ y $f2 = 0.307$, rendimiento de sputtering para Al y Ti, respectivamente, para iones de Ar con energía de 300 eV [9].
- $L = 5.34$, L es la contribución de Ti sobre el racetrack, en este caso el blanco está compuesto de 50% de Ti y 50% de Al. L depende de los valores de $R1$ y $R2$, ya que cuando se define el área del racetrack, se le otorga un valor máximo o límite a L . Por ejemplo, el valor máximo es 10.68, esto implica que el blanco está compuesto sólo de Ti.
- $delx$ y $dely$, son el incremento en que se barre en “x” y “y” en cm.
- $width$, no es usada.

La figura 2.4, muestra la posición experimental aproximada del racetrack, la distribución de los átomos sobre el sustrato depende de esta posición y el centro de los máximos de las contribuciones, de cada elemento, dependerá de la posición del centro del racetrack.

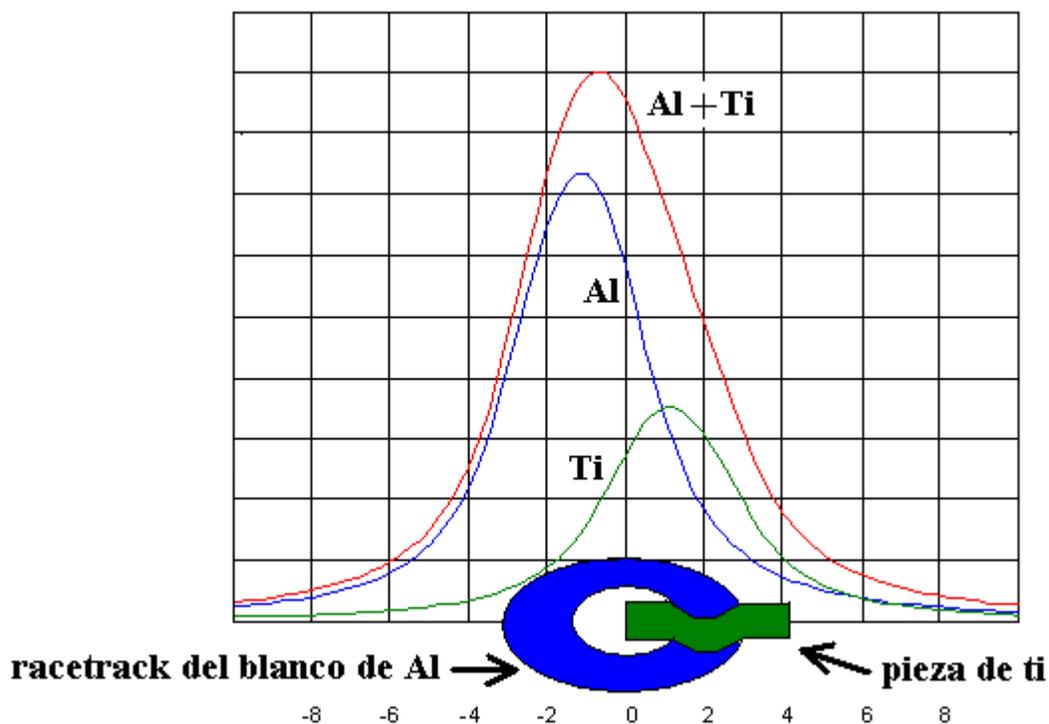


Figura 2.4. Diagrama de la posición del racetrack, mostrando como son las aportaciones de los elementos a la película.

La figura 2.5, muestra un corte transversal de un blanco compuesto de Al y Ti, como el visto en la figura 2.1. En la figura se observa la emisión hipotética de los átomos expulsados del blanco hacia el sustrato, donde posteriormente se formará la película. El tamaño del racetrack, su diámetro y ancho, y la distancia blanco-sustrato son fundamentales en la composición y distribución de espesor de la película depositada, como veremos en la figura 2.6

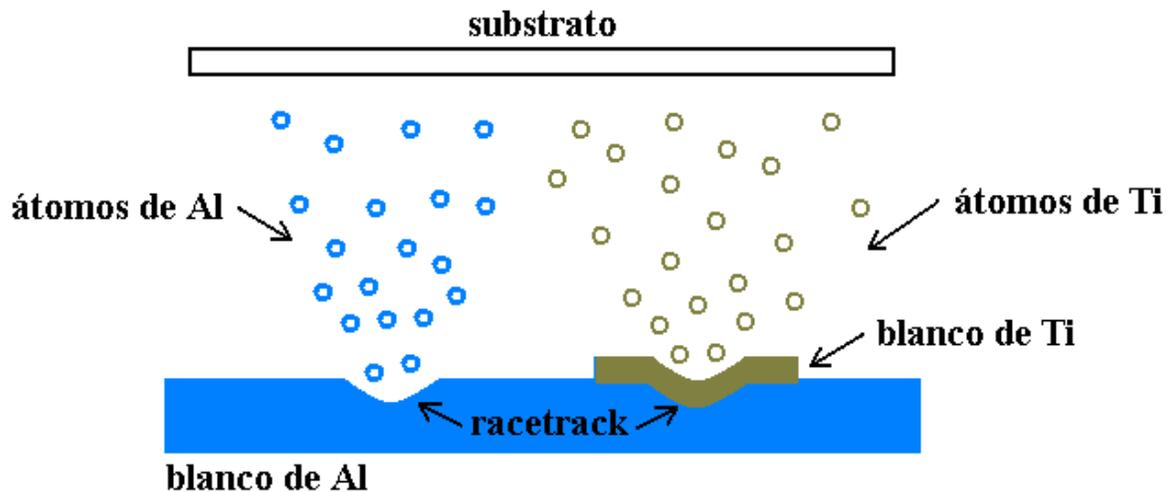


Figura 2.5. Emisión hipotética de átomos, de un blanco compuesto de Al y Ti, que son expulsados en el proceso de sputtering con magnetrón.

La figura 2.6, ilustra un caso donde se muestra un corte transversal del blanco compuesto de Al y Ti, debajo del blanco se observan gráficas de cómo sería la aportación del Al y Ti al aumentar la distancia blanco-substrato, que es la situación analizada en este trabajo, en los depósitos con RBS y en los casos simulados con CO-SS. La figura muestra un caso hipotético con un racetrack de 6.5 cm de radio, el radio del racetrack del sistema de depósito usado fue de 1.6 cm. En las graficas el eje “y”, representa el “espesor”, en unidades arbitrarias, y el eje “x” la posición real sobre el substrato, en cm.

Como ya se había dicho, la distribución de espesor y de los elementos en la película dependerá del ancho y diámetro del racetrack, de la distribución angular intrínseca de los átomos de cada elemento y de la distancia blanco- substrato. Cuando la distancia blanco- substrato es pequeña, la aportación de cada elemento, que compone al blanco, puede ser distinguida como un acumulamiento en el substrato, justo debajo de la posición del racetrack, sin embargo, al aumentar la distancia blanco-substrato, los átomos expulsados se distribuyen de manera homogénea o extendida, encimando sus aportaciones en la película.

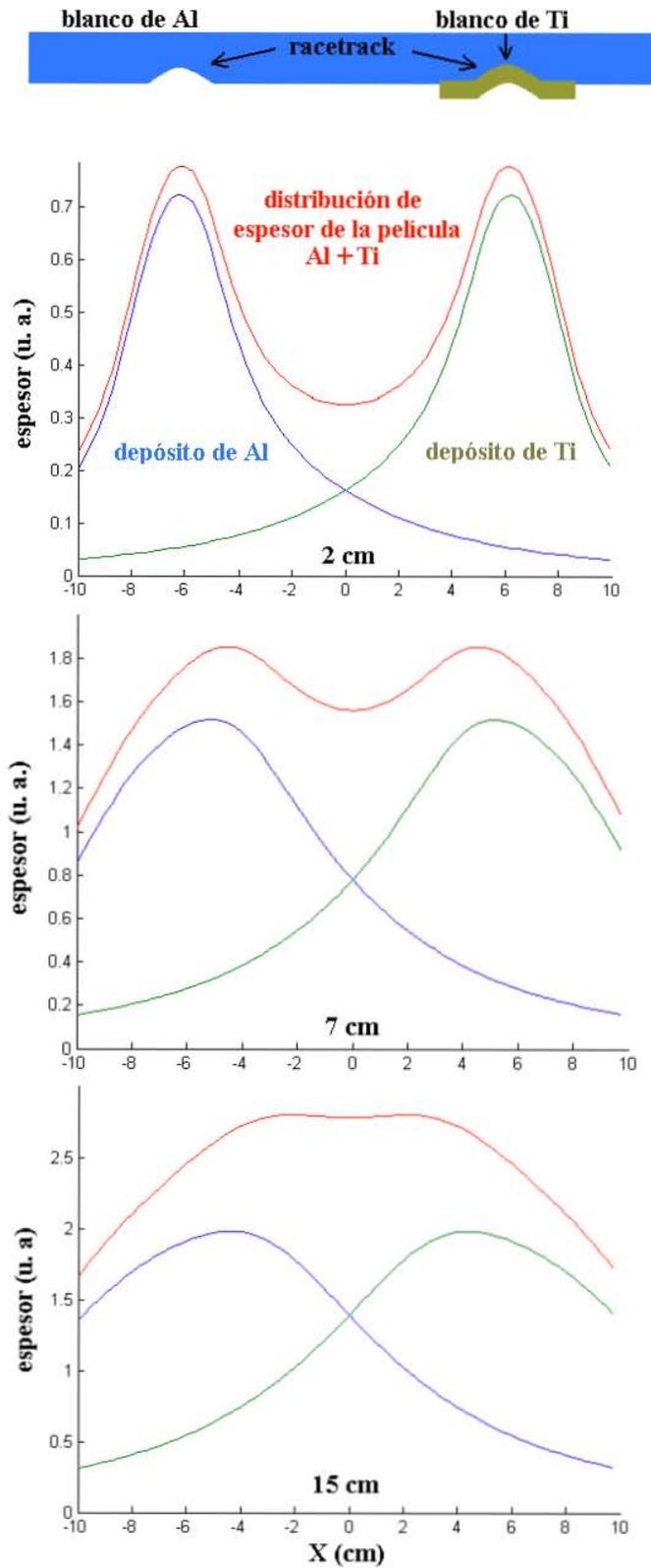


Figura 2.6. Parámetros usados: $R1 = 6$ cm, $R2 = 7$ cm, para un blanco compuesto de 50% Al y 50% Ti, distancias blanco-substrato 2, 7 y 15 cm, $n_{Al} = 1$ y $n_{Ti} = 1$, ambos elementos tienen el mismo rendimiento de sputtering.

Resumen del tipo parámetros que usa el código:

- Geométricos: “ x ”, “ y ” y r
- Experimentales: $R1$, $R2$, z y L
- Indeterminados: n_{Al} y n_{Ti}
- Literarios: Y_{Al} y Y_{Ti}

2.3 Experimentos para el análisis de las muestras

2.3.1 Diseño del experimento con el acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV.

Como ya se mencionó, todos los depósitos fueron analizados en el laboratorio del acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV, del IF de la UNAM, usando la técnica RBS. La figura 2.7, indica la forma en que se estudiaron, el haz de partículas α incidía de manera perpendicular sobre la zona central de la muestra, es decir, en el eje “ x ”, ver figura 2.1, las flechas representan el haz con una variación de 1.75 cm. Cada evento se realizó de manera individual y se tomó un espectro de energía de cada punto, a, b, c, d y e, con la finalidad de poder determinar la distribución de elementos y una aproximación del espesor de la película.

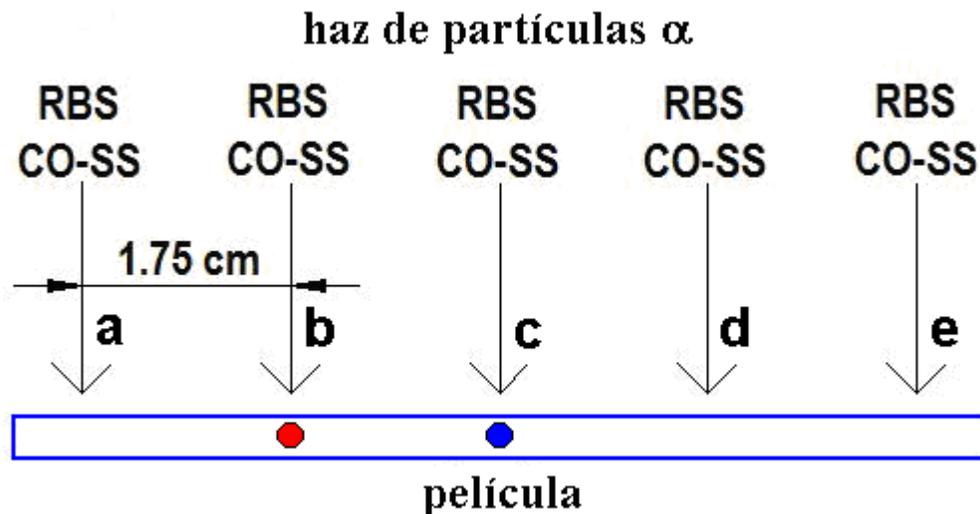


Figura. 2.7. Vista lateral del experimento con el acelerador Van de Graaff. El círculo rojo muestra a que altura se encontraba el centro del blanco de Al, el círculo azul el centro del sustrato.

Es importante mencionar que para el análisis de las muestras fue necesario realizar modificaciones en la cámara de experimentación del acelerador. Las modificaciones consistieron en colocar un tornillo milimétrico que nos permitiera mover los substratos de manera perpendicular al haz. Por lo tanto, fue necesario diseñar piezas de acoplamiento para el tornillo en la cámara de experimentación y la base de las muestras.

2.3.2 Parámetros del experimento:

- Técnica: RBS
- Haz: ${}^4\text{He}^+$
- Energía: 2 MeV
- Ángulo de detección: 150°

Los haces que se pueden usar en el acelerador van de Graaff de 5.5 MeV del IF-UNAM son: H^+ , ${}^2\text{H}^+$, ${}^3\text{He}^+$ y ${}^4\text{He}^+$, sin embargo, la selección de un haz de ${}^4\text{He}^+$ es porque tienen buena resolución en masa y profundidad, comparado con H^+ y ${}^2\text{H}^+$. La selección de energía y ángulo de detección responden a la sección eficaz de los elementos que se desean estimar.

2.4 Perfilómetro

2.4.1 Análisis con el perfilómetro

El análisis de las muestras fue realizado en el perfilómetro Veeco DEKTAK 150 del laboratorio de síntesis L-E-006, del grupo PLASNAMAT, que se encuentra en el edificio E, del IIM de la UNAM. Para poder medir el espesor fue necesario crear un escalón con un diurex delgado adherido en la parte central del substrato antes del depósito, es decir, sobre el eje “x”, ver figura 2.1. La figura 2.5, muestra un depósito con el escalón para el análisis con el perfilómetro.

Para el análisis fue necesario hacer un mapeo, a lo largo de la muestra, realizando 14 mediciones con una separación de 5 mm, y con el fin de obtener un promedio del espesor se tomaron, alrededor de cada punto, 9 lecturas. La figura 2.9, muestra el mapeo realizado, así, se obtuvo la distribución del espesor del depósito.

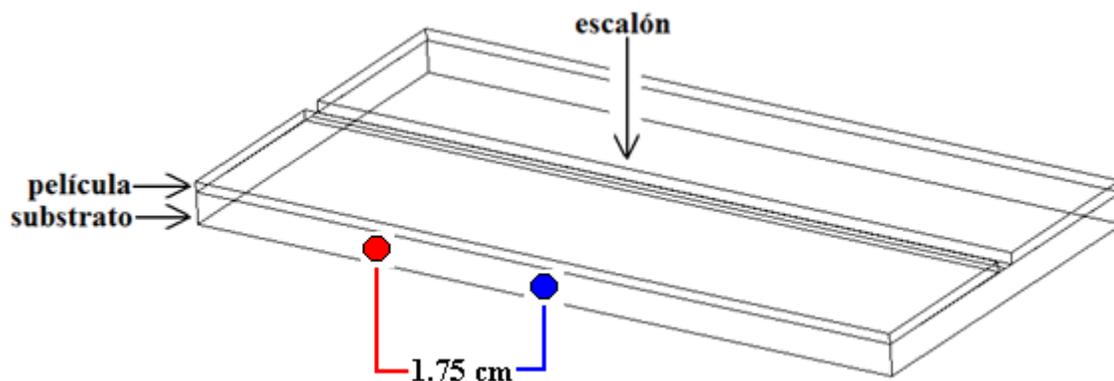


Figura 2.8. Representación de una muestra después de realizar el depósito con escalón. El círculo rojo muestra a que altura se encontraba el centro del blanco de Al, el círculo azul el centro del substrato.

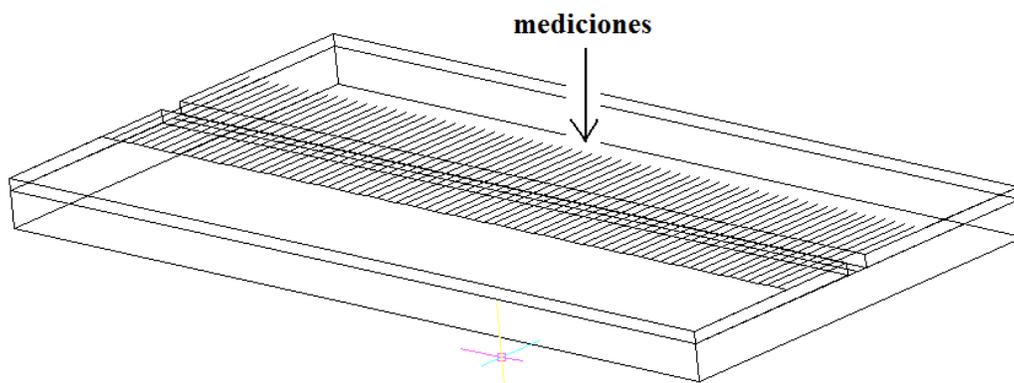


Figura 2.9. Mapeo realizado con el perfilómetro para determinar el espesor de la muestra.

2.4.2 Parámetros del análisis:

- Mediciones: 14 (9 puntos promedio)
- Distancia entre ellas: 5.0 mm
- Fuerza stylus: 2 mg

Capítulo 3

Resultados y Análisis

3.1 Análisis de las muestras

El análisis de las películas depositadas consistió en dos pasos; el primero en determinar su espesor, con el perfilómetro, y el segundo en determinar su composición, por medio de un análisis con un haz de partículas α 's usando la técnica RBS. Los resultados de estos análisis serán comparados con los resultados obtenidos de las simulaciones realizadas con el código CO-SS.

3.1.1 Experimentos realizados con el acelerador van de Graaff de 5.5 MeV

En este capítulo sólo se presentará un ejemplo del análisis realizado con la técnica RBS para una muestra. Aproximadamente, se llevaron a cabo 150 experimentos en el acelerador de partículas van de Graaff de 5.5 MeV para esta tesis. Se obtuvieron de cada muestra cinco espectros de energía, que fueron analizados por separado con el código SIMNRA, con el fin de observar variación en la concentración de los elementos Al y Ti, a lo largo de la película. Con este análisis también se podrá obtener, de manera aproximada, la distribución de espesor del depósito. En el anexo A se podrán observar todos los espectros analizados en este trabajo.

Las figuras 3.1-3.5, son los cinco espectros a, b, c, d y e, correspondientes a la muestra M30 (ver figura 2.7, sección 2.3.1, capítulo 2), depositada a 3 cm, con área relativa 0.30. La muestra fue barrida por haces de partículas α , distanciados por 1.75 cm. Aproximadamente, las señales de Ti (línea verde) y Al (línea azul), se encuentran en el canal 350 y 250,

respectivamente. El ancho de esta señal es indicativo del espesor y la altura de la concentración de los elementos, en la película. Con la técnica RBS también se puede ver que el substrato está compuesto de los siguientes elementos: 60% de O, 25% de Si, 10% de Na, 3% de Ca, 1% de Mg y 1% de Al. En las gráficas, el eje x corresponde al número de canal y el eje y al número de cuentas. El recuadro dentro del gráfico indica el color del espectro experimental y su simulación, además, de todos los elementos detectados en el análisis. En el Anexo C se presenta un resumen de como se adquieren estos espectros de energía.

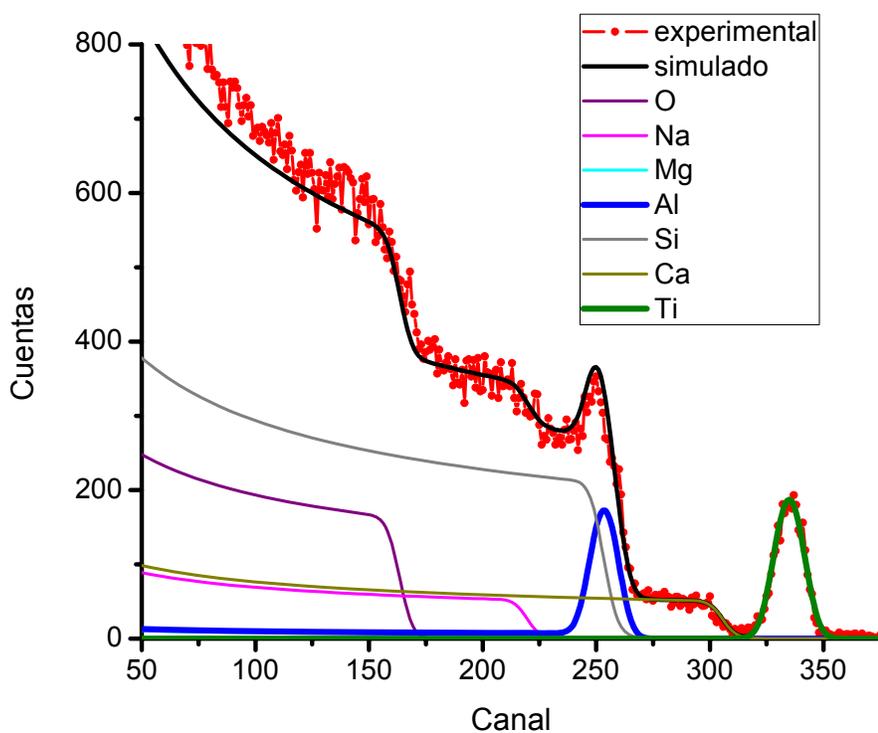


Figura 3.1. Espectro de energía **a**, obtenido de la técnica RBS. Este espectro indica que las concentraciones de Al y Ti, en la película, son: 29% y 11.5%, respectivamente.

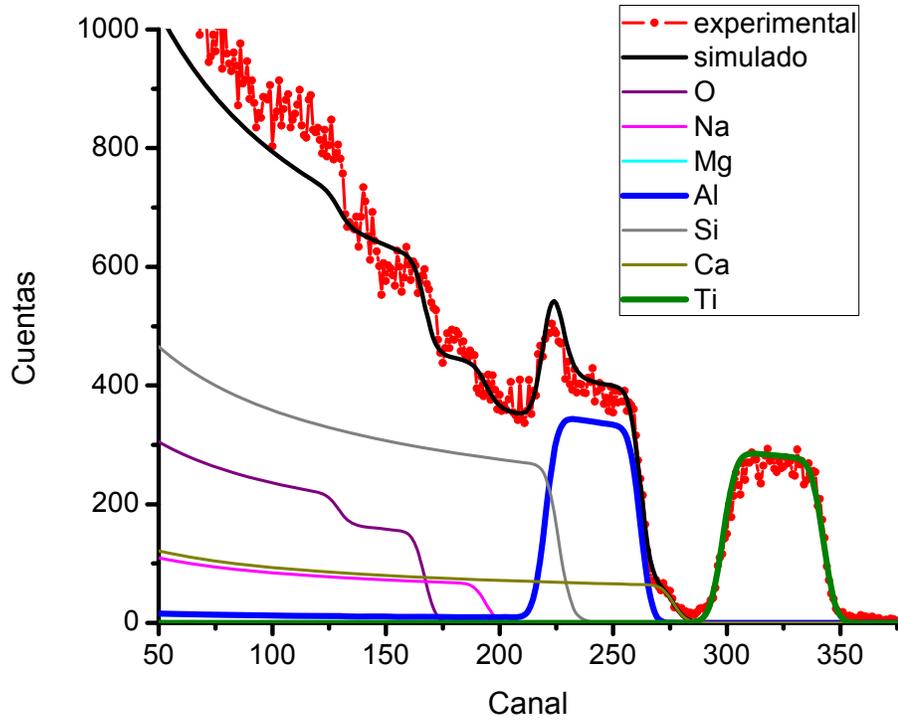


Figura 3.2. Espectro de energía **b**, las concentraciones de Al y Ti son: 40% y 12%, respectivamente.

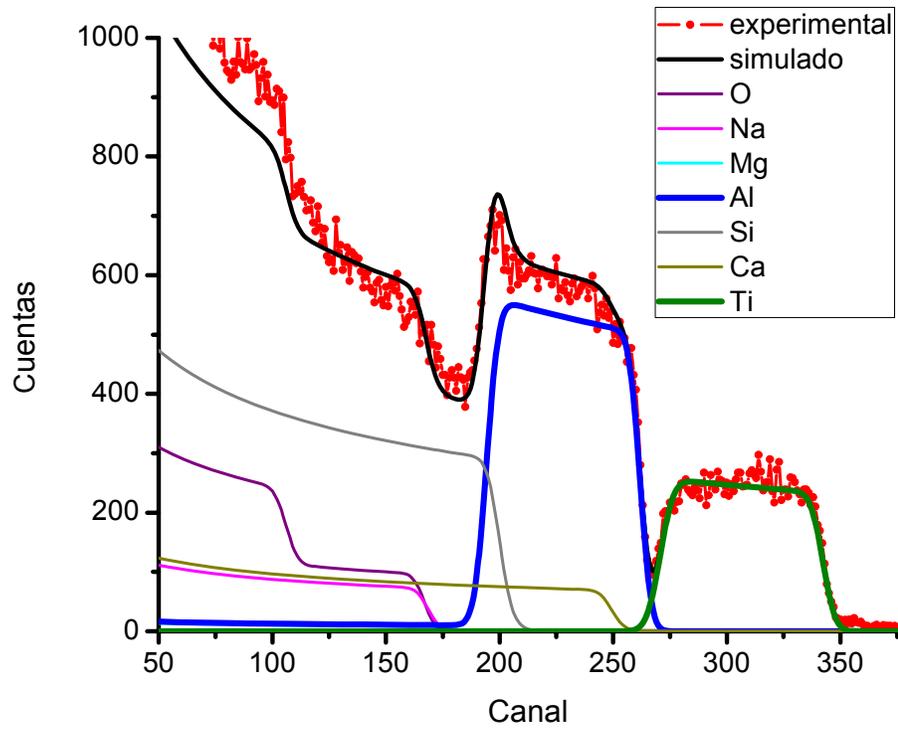


Figura 3.3. Espectro de energía **c**, las concentración de Al y Ti son: 60% y 10%, respectivamente.

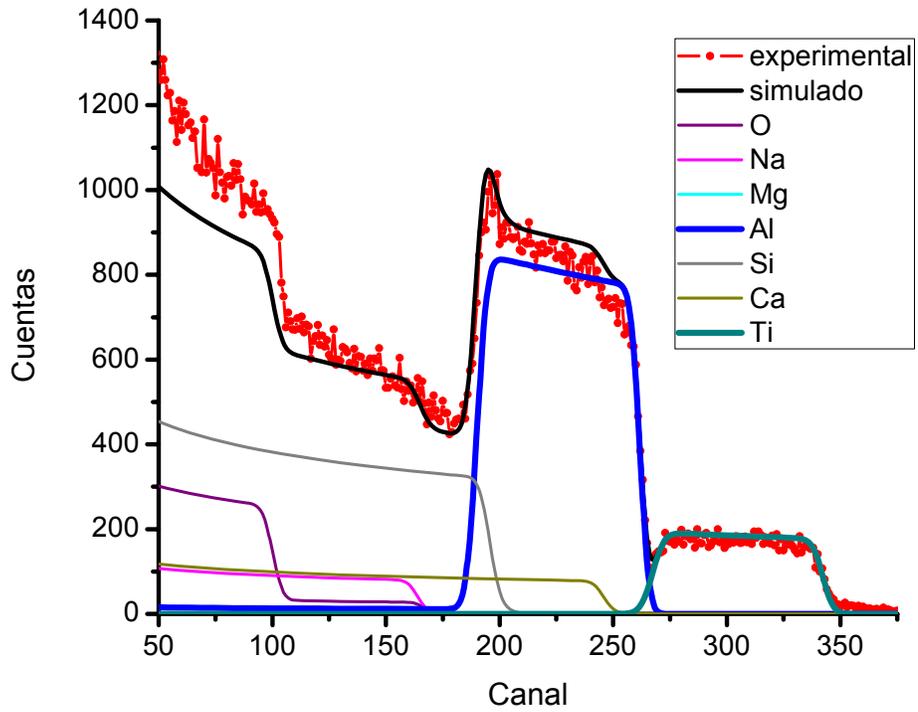


Figura 3.4. Espectro de energía **d**, las concentraciones de Al y Ti son: 85% y 6.9%, respectivamente

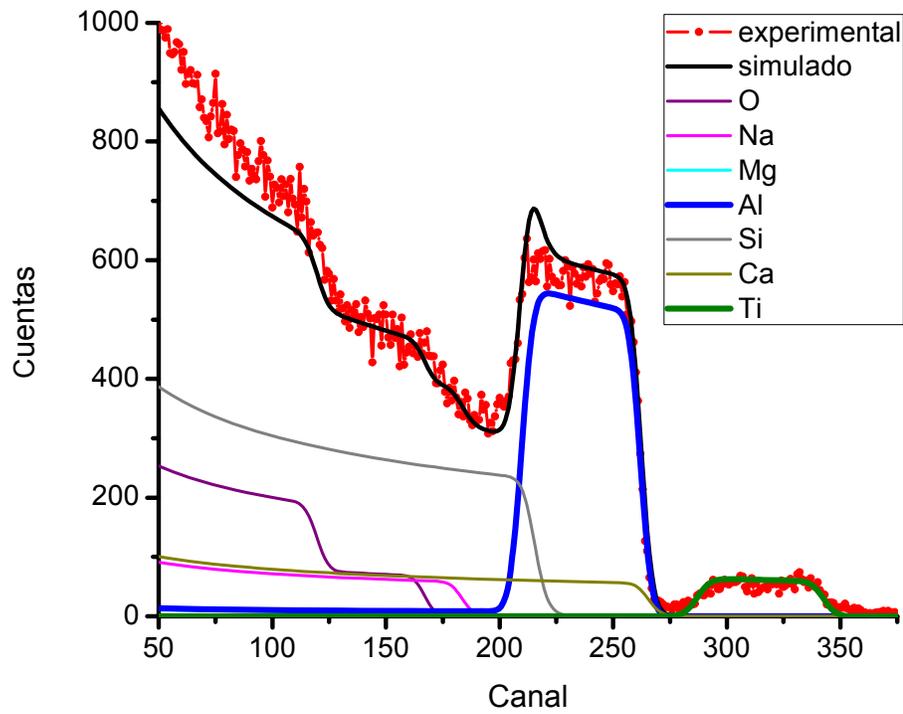


Figura 3.5. Espectro de energía **e**, las concentraciones de Al y Ti son: 72% y 3%, respectivamente

Los resultados del análisis, con la técnica RBS, nos indican la variación de Al y Ti a lo largo del sustrato. Por medio de la relación Al/Ti, compararemos los puntos experimentales con los simulados con el código CO-SS. La tabla 3.I, muestra un resumen de las concentraciones estimadas para la muestra M30.

Tabla 3.I. Concentraciones de Al y Ti correspondientes a la muestra M30.

Espectro	% Ti	% Al
a	11.5 ± 3.5 %	29.0 ± 3.4 %
b	12.0 ± 3.8 %	40.0 ± 6.7 %
c	10.0 ± 0.7 %	60.0 ± 4.4 %
d	6.9 ± 0.4 %	85.0 ± 4.5 %
e	3.0 ± 11.0 %	72.0 ± 6.6 %

Las incertidumbres de las concentraciones, de Al y Ti, fueron calculadas tomando la diferencia entre el área del espectro experimental y el área de la aportación simulada, con el código SIMNRA, del elemento.

3.1.2 Mediciones realizadas con el perfilómetro

Las figuras 3.6, 3.7 y 3.8, son tres ejemplos de las mediciones obtenidas con el perfilómetro para las muestras M16, M17 y M19. En las gráficas, el eje x representa la distancia barrida a lo largo del sustrato, en cm, y el eje y es el espesor, en nm. La coordenada 0.0 en el eje x corresponde al centro del blanco de Al, el centro del sustrato se encuentra en 1.75 cm, ver figura 2.2.

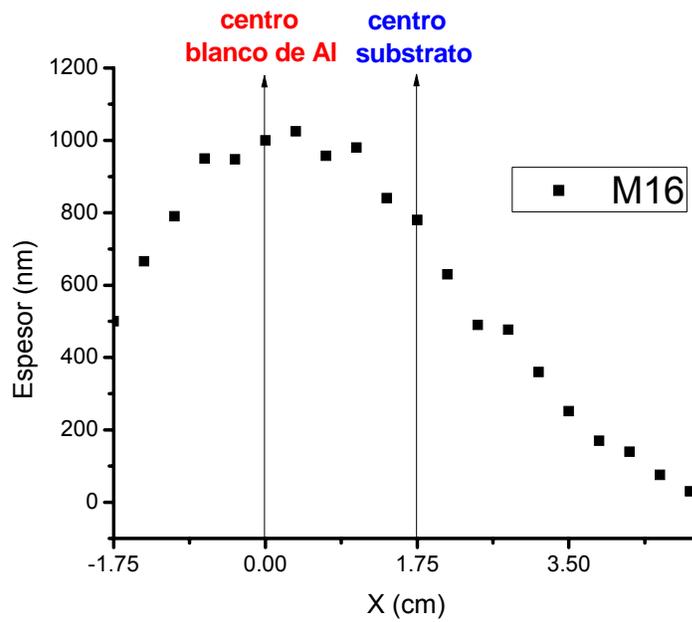


Figura 3.6. Resultados de análisis de espesor de la muestra M16, depositada a 2 cm y área relativa 0.07.

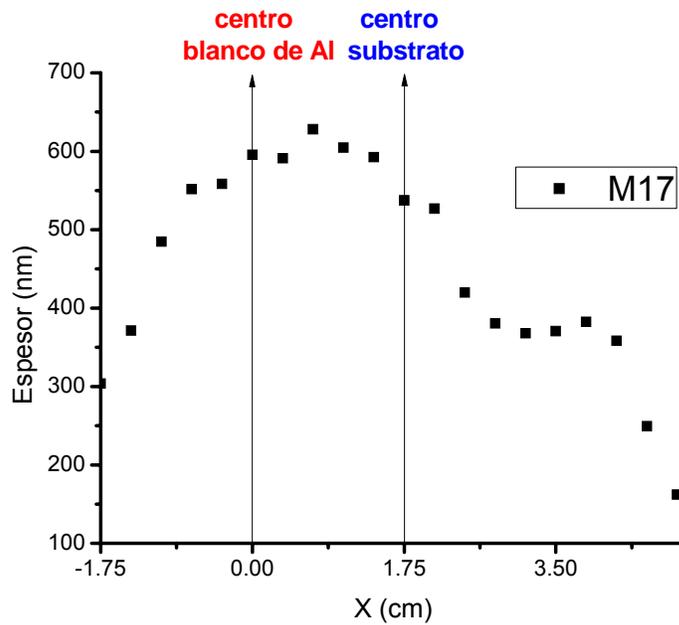


Figura 3.7. Resultados de análisis de espesor de la muestra M17, depositada a 3 cm y área relativa 0.07.

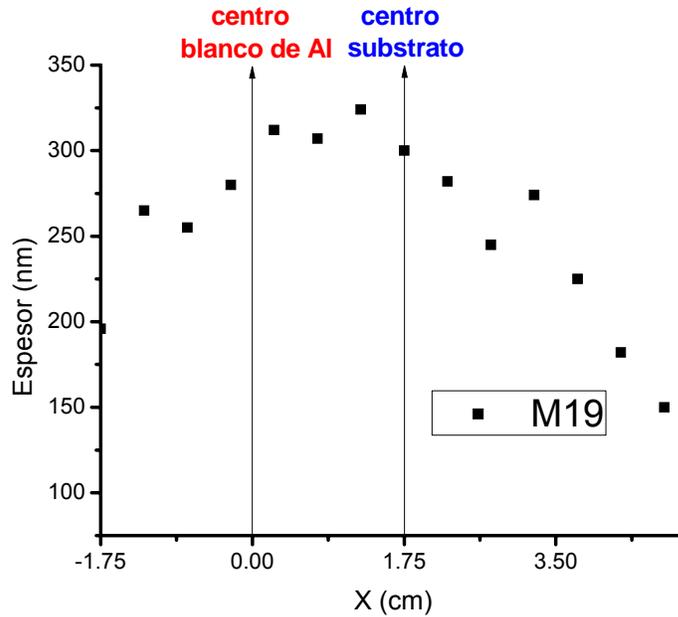


Figura 3.8. Resultados de análisis de espesor de la muestra M19, depositada a 5 cm y área relativa 0.07.

Para realizar la comparación de la distribución longitudinal de espesor, entre los resultados del perfilómetro y las simulaciones, realizadas con el código CO-SS, se hizo un suavizado de las mediciones obtenidas con el perfilómetro usando el programa OriginPro 8.0. Dicho ajuste es un procesamiento de la señal que consiste en suavizar los datos para crear una aproximación, dejando fuera ruido y otro tipo de fenómenos. Se presenta un breve resumen.

El método Savitzky–Golay se basa en el cálculo de una regresión polinomial local (de grado k), con al menos $k+1$ puntos equidistantes, para determinar el nuevo valor de cada punto. El resultado será una función similar a los datos de entrada, pero suavizada. La principal ventaja de esta aproximación es que tiende a preservar características de la distribución inicial tales como los máximos y mínimos relativos, así como el ancho de los picos, que normalmente desaparecen con otras técnicas de promediado (como la media desplazada) [21]. Todos los ajustes realizados con el filtro tienen los mismos parámetros. Los ajustes son mostrados el anexo B.

3.2 Comparación de simulaciones con experimentos

Los resultados del análisis del suavizado de la distribución longitudinal de espesor y del análisis de la composición, de las películas depositadas, serán comparados con los resultados correspondientes que son obtenidos de las simulaciones realizadas con el código CO-SS.

3.2.1 Depósitos realizados sólo de un elemento, Al

El primer paso para verificar si el código CO-SS era útil fue simular la distribución longitudinal de espesor de depósitos compuestos sólo de un elemento, Al. La Tabla 3.I, muestra los depósitos realizados por sputtering con magnetrón de corriente directa con un blanco de Al, solamente variando la distancia blanco-substrato. El objetivo principal de este primer análisis fue estudiar la distribución angular de los átomos expulsados, bajo las condiciones experimentales usadas, descritas en la sección 2.1.2, capítulo 2, y observar su influencia en la distribución de espesor en la película depositada.

Tabla 3.I. Lista de depósitos por sputtering con magnetrón de Al

Muestra	Distancia blanco-substrato (cm)	Blanco
M11	2	Al
M10	3	Al
M8	5	Al

3.2.1.1 Simulaciones y resultados del análisis con el perfilómetro

Con las mediciones obtenidas del perfilómetro y su suavizado Savitzky-Golay realizamos las comparaciones con las simulaciones. En las simulaciones hicimos aproximaciones para determinar el rendimiento de sputtering del Al, usando valores entre 0.5 y 1.0 [9 y 13], con un incremento de 0.05, y también para determinar el exponente “ n ” de la distribución angular $\cos^n \beta$, de los átomos expulsados del blanco de Al, en estas aproximaciones usamos

valores entre 0.5 y 2 [12, 22 y 23], con un incremento de 0.05. Además de utilizar los parámetros del experimento: ancho del racetrack y distancia blanco-substrato. Esta tarea consistió en observar cualitativamente similitud entre la distribución de espesor de la película depositada y la distribución de espesor simulada con el código. La comparación fue por medio de gráficas, una de ellas es mostrada más adelante en esta sección, en la que el eje x , representará la posición real sobre el substrato, en cm, y el eje y , normalizado, el “espesor” en unidades arbitrarias.

El valor inicial usado para estimar el exponente “ n ” fue 1, valor que implica una distribución tipo $\cos \beta$. Sin embargo, los resultados de esta comparación indicaban una gran diferencia con el suavizado, implicando una distribución más direccionada de los átomos de Al, debido a que la acumulación de material era mayor en una sección del substrato, entre 1.75 y 1.75 cm, aumentando de manera significativa el espesor de la película en esta zona.

El código logró reproducir la variación del espesor determinando que los valores para el exponente “ n ” y el rendimiento de sputtering del Al, que mostraban mayor similitud entre el suavizado y las simulaciones, fueron 1.55 y 0.647, respectivamente. El exponente encontrado se ajustó para todas las distancias blanco-substrato, 2, 3 y 5 cm, esto significó una distribución angular tipo $\cos^{1.55} \beta$, para los átomos de Al expulsados del blanco. El valor del rendimiento de sputtering coincidió con el valor reportado en la literatura para las condiciones de depósito usadas, es decir, una diferencia de potencial de 300 V [9].

Para simplificar las comparaciones entre simulación y experimento, a la simulación que usa los parámetros experimentales de depósito de la muestra M11, se le llamará S11, a la simulación que usa los de la muestra M16 será S16, y así sucesivamente. En esta sección sólo se presenta la simulación S11 y la comparación entre esta simulación y el suavizado.

La gráfica 3.9, muestra la simulación S11, donde la distribución angular de los átomos de Al es del tipo $\cos^{1.55} \beta$. En el eje y observamos el “espesor”, en unidades arbitrarias, y en el

eje x la distancia analizada sobre el “substrato”, en cm. La línea roja muestra la distribución longitudinal de espesor de la película completamente simétrica, con respecto a $x = 0$, en un intervalo de -10 a 10 cm.

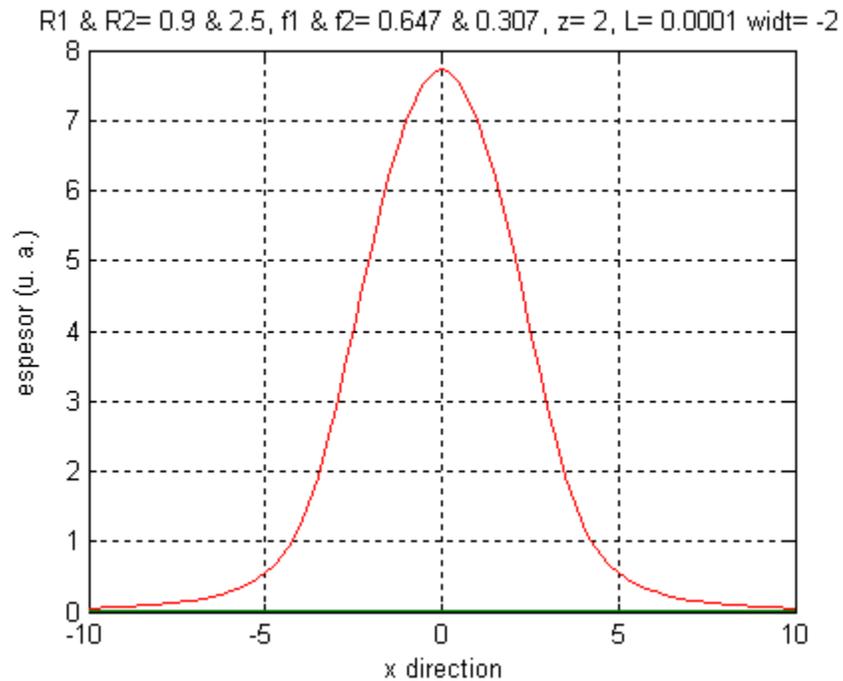


Figura 3.9. Simulación S11 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón de Al, a 2 cm.

La gráfica 3.10, muestra la comparación de la distribución de espesor entre el suavizado Savitzky-Golay, línea roja con círculos, y la simulación del depósito realizada con el código CO-SS, línea negra con cuadros. El eje y , normalizado, muestra el “espesor”, en unidades arbitrarias, y el eje x , la posición real sobre el substrato, en cm.

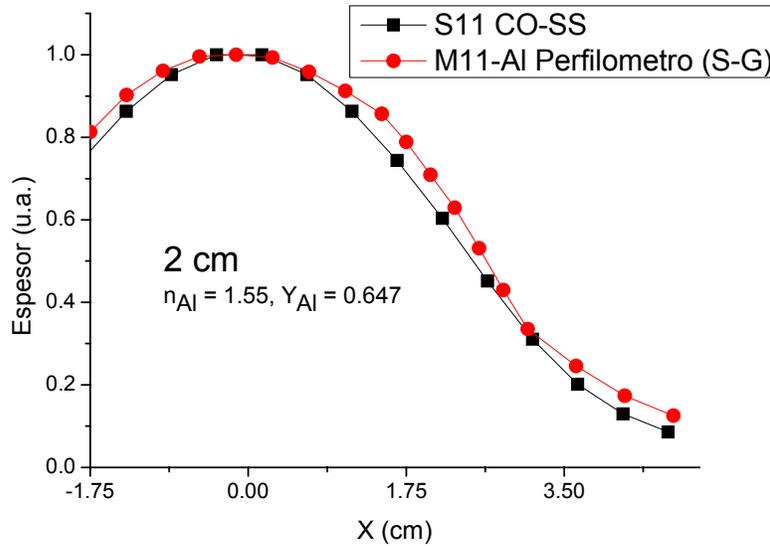


Figura 3.10. Comparación realizada para una película compuesta sólo de Al, depositada a 2 cm.

La figura 3.10 nos muestra el código CO-SS se puede usar para simular la distribución de espesor de un depósito realizado sólo de un elemento. De este análisis se corrobora el valor reportado en la literatura para el rendimiento de sputtering del Al y se determina el exponente “ n ” para la distribución angular de los átomos de Al, exponente que no cambió cuando aumentó la distancia blanco-substrato. Además, la distribución angular de los átomos expulsados de un blanco depende solamente de la energía de los iones de Ar que inciden sobre este y para todos los experimentos se usó la misma diferencia de potencial. La Tabla 3.II, muestra un resumen de los parámetros utilizados en el código para realizar las simulaciones de depósitos de Al.

Tabla. 3. II. Resumen de parámetros usados para las simulaciones de depósitos sólo de Al.

Sim.	$R1$	$R2$	n_{Al}	Distancia Bla-subst (cm)	Y_{Al}
M11	0.9	2.5	1.55	2	0.647
M10	0.9	2.5	1.55	3	0.647
M8	0.9	2.5	1.55	5	0.647

$R1$ y $R2$ delimitan el ancho del racetrack, n_{Al} nos indica como se distribuyen angularmente los átomos expulsados del blanco, con base en la relación $\cos^n \beta$, y Y_{Al} es el rendimiento de sputtering de Al.

3.2.2 Depósitos realizados de dos elementos, Al y Ti

El código desarrollado logró simular la distribución longitudinal de espesor para un depósito realizado sólo de Al, determinando la distribución angular de los átomos expulsados del blanco, encontrando que el valor del exponente “ n ”, que mostraba menos diferencia entre la simulación y el suavizado, es 1.55. Además, de este análisis se corroboró el valor del rendimiento de sputtering para el Al, Y_{Al} , reportado en la literatura, cuyo valor es 0.647. El siguiente paso era ver si el código puede simular la distribución longitudinal de espesor para depósitos realizados de Al y Ti, intentando determinar la distribución angular de los átomos expulsados pero ahora del blanco de Ti, bajo las condiciones experimentales usadas, descritas en la sección 2.1.2, capítulo 2, y observar como influye en la distribución de espesor de la película depositada. La Tabla 3.III, muestra los depósitos realizados por sputtering con magnetrón de corriente directa para un blanco de compuesto de Al y Ti, variando la distancia blanco-substrato y el área relativa Al/Ti.

Tabla 3.III. Depósitos por sputtering con magnetrón de corriente directa de Al y Ti.

Muestra	Distancia blanco-substrato (cm)	Área relativa Al/Ti
M16	2	0.07
M17	3	0.07
M19	5	0.07
M25	2	0.15
M23	3	0.15
M22	5	0.15
M31	2	0.30
M30	3	0.30
M27	5	0.30

3.2.2.1 Simulaciones y resultados del análisis con el perfilómetro

Con las mediciones obtenidas del perfilómetro, y sus respectivos suavizados Savitzky-Golay, realizamos las comparaciones con las simulaciones. En las simulaciones también

hicimos aproximaciones para determinar el rendimiento de sputtering del Ti, Y_{Ti} , usando valores entre 0.1 y 0.5 [9 y 13], con un incremento de 0.05, y también para determinar el exponente n_{Ti} , de la distribución angular $\cos^n \beta$, de los átomos expulsados del blanco de Ti, en estas aproximaciones usamos valores entre 0.5 y 2 [12, 22 y 23], con un incremento de 0.05, además de utilizar los parámetros del experimento: ancho del racetrack, distancia blanco-substrato y área relativa Al/Ti. Esta tarea consistió, de igual manera que para los depósitos realizados sólo de Al, en observar cualitativamente similitud entre la distribución de espesor de la película depositada y la distribución de espesor simulada con el código.

Para estas simulaciones usamos los valores del Al, es decir, $Y_{Al} = 0.647$, y el exponente $n_{Al} = 1.55$, obtenidos de la comparación entre los resultados del suavizado de los depósitos y las simulaciones, vistos en la sección 3.2.1.1. Estos valores se usaron de manera combinada en código, es decir, fijamos estos valores y después realizamos las variaciones para determinar el valor del rendimiento de sputtering, Y_{Ti} , y el valor del exponente n_{Ti} . El valor inicial usado para estimar el exponente n_{Ti} , fue 1, este número se usó como primera aproximación ya que era un valor a determinar.

El código logró reproducir la variación longitudinal de espesor, para un área relativa de 0.07, determinando con la simulaciones que los valores para el exponente n_{Ti} y el rendimiento de sputtering del Ti, Y_{Ti} , fueron: 0.9 y 0.307, respectivamente. Los exponentes n_{Al} y n_{Ti} se ajustaron para todas las distancias blanco-substrato, 2, 3 y 5 cm, esto significó dos distribuciones angulares diferentes, para Al tipo $\cos^{1.55} \beta$ y para Ti tipo $\cos^{0.9} \beta$. Además, el valor determinado, con el ajuste de las simulaciones, para el rendimiento de sputtering de Ti fue 0.307. Este valor, como en el caso del rendimiento de sputtering del Al, coincidió con el valor reportado en la literatura para las condiciones de depósito usadas, es decir, una diferencia de potencial de 300 V.

Las gráficas 3.11, 3.12 y 3.13, muestran las simulaciones S16, S17 y S19, con área relativa 0.07, donde existe mayor contribución de Al a la película. En estas gráficas observamos un ligero corrimiento del máximo de la contribución de Al hacia el centro de la gráfica ($x = 0$),

cuando aumenta la distancia blanco-substrato. La interpretación es que al sólo haber una pieza de Ti sobre el blanco de Al, la zona del substrato que se encuentra encima de esta pieza, comienza a recibir más átomos expulsados de Al cuando la distancia blanco-substrato aumenta, por la distribución angular intrínseca de los átomos de Al (ver figura 2.2, sección 2.1.1, capítulo 2). Otro punto importante es que la distribución angular de los átomos de Ti es menos direccionada que para los átomos de Al, esto hace que su distribución sea más extendida en el substrato. El corrimiento del máximo de la contribución de Al es menos evidente cuando aumentamos piezas de Ti sobre el blanco. El centro del blanco de Al corresponde a la posición $x = 0$.

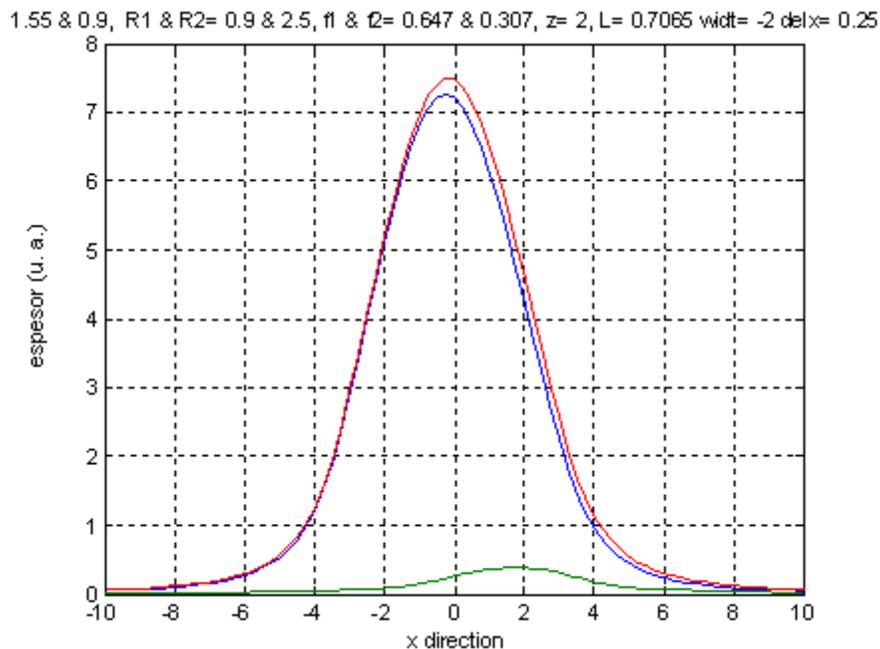


Figura 3.11. Simulación S16 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 2 cm. La línea verde es Ti, la línea azul es Al y línea roja la suma (Al + Ti).

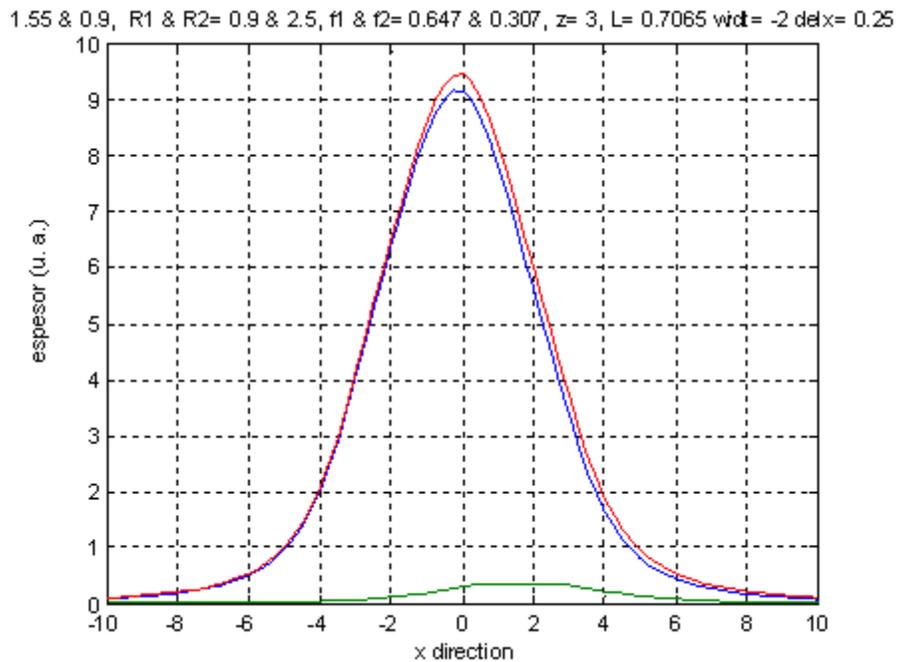


Figura 3.12. Simulación S17 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 3 cm.

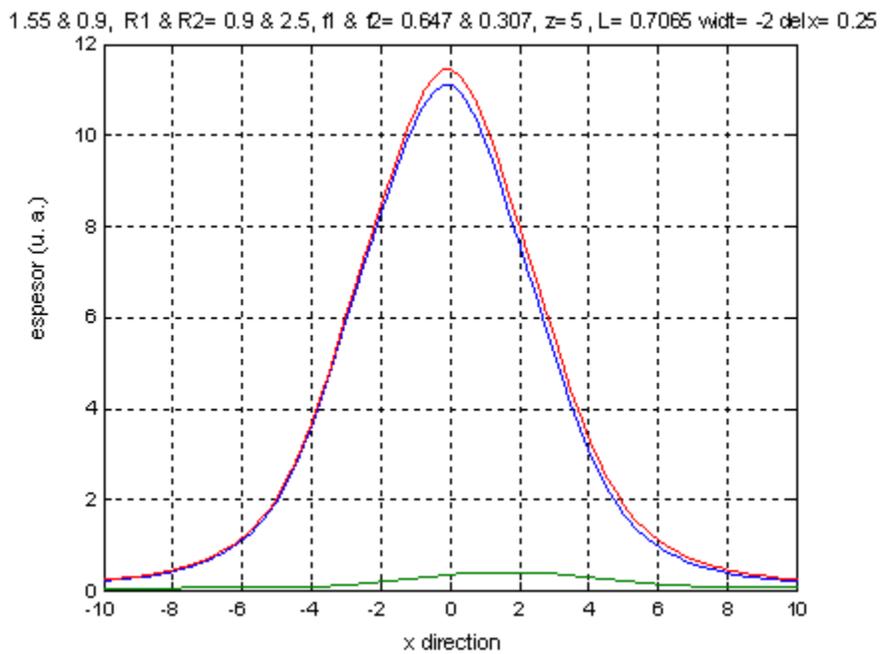


Figura 3.13. Simulación S19 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 5 cm.

Las figuras 3.14, 3.15 y 3.16, presenta las comparaciones del suavizado Savitzky-Golay con las simulaciones realizadas con el código CO-SS, para las muestras con área relativa 0.07. Los valores usados para los ajustes fueron los obtenidos sólo de la variación del

exponente n_{Ti} y del rendimiento de sputtering del Ti, debido a que se fijaron estos valores para el Al. De la distribución angular de los átomos de evaporados de Al y Ti, dependerá la distribución longitudinal de espesor de la película depositada y estas comparaciones nos ayudaron a corroborar el exponente n_{Al} y a determinar n_{Ti} .

La figura 3.14, muestra el mejor ajuste en la distribución de espesor. La figura 3.15, muestra una discrepancia debido a un depósito irregular, aproximadamente, entre 1.75 y 3.5 cm. La figura 3.16, muestra una buena aproximación, aunque el suavizado no fue muy bueno. Es importante señalar que la distribución de espesor de las películas reproduce el comportamiento de corrimiento del máximo hacia el centro de la gráfica, indicado con una flecha negra, visto en las simulaciones S16, S17 y S18. La línea roja, con círculos, representa el suavizado Savitzky-Golay y la línea negra, con cuadros, la simulación del depósito. En las gráficas, el eje x muestra la posición analizada sobre el sustrato, en cm, y el eje y el “espesor” en unidades arbitrarias, normalizado.

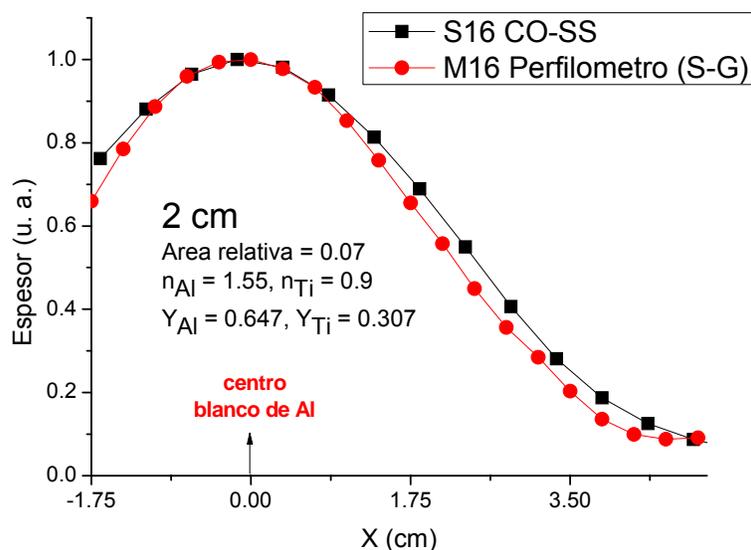


Figura 3.14. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M16, y simulación S16.

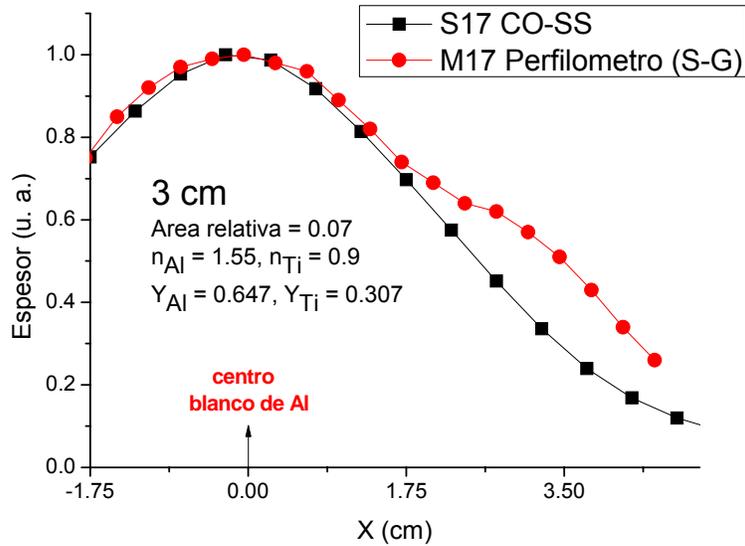


Figura 3.15. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M17, y simulación S17.

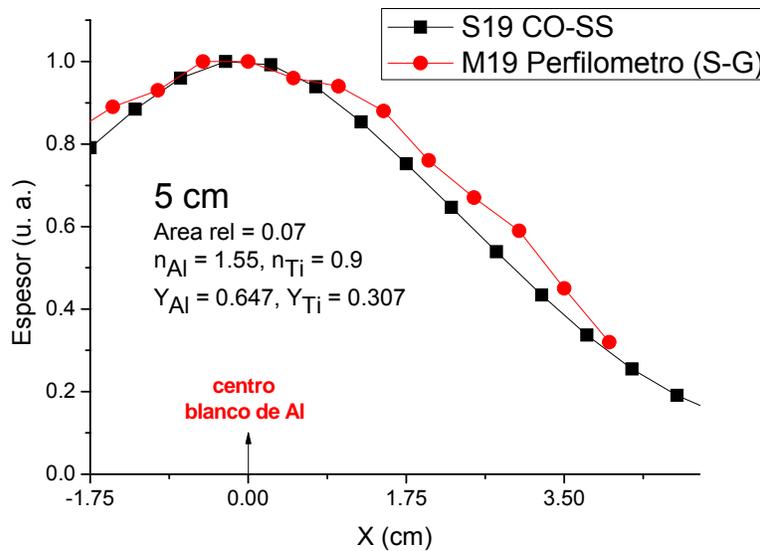


Figura 3.16. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M19, y simulación S19.

Las figuras 3.14, 3.15 y 3.16, nos muestra el código CO-SS se puede usar para simular la distribución de espesor de un depósito realizado de dos elementos, Al y Ti, para un área relativa 0.07. De este análisis se corroboran los valores reportados en la literatura para los rendimientos de sputtering y se determinan los exponentes n_{Al} y n_{Ti} , para las distribuciones angulares de los átomos de Al y Ti, exponentes que no cambiaron cuando aumentó la distancia blanco-substrato. La Tabla 3.IV, muestra un resumen de los parámetros utilizados para realizar las simulaciones de depósitos de Al y Ti, para un área relativa 0.07.

Tabla. 3. IV. Parámetros para simulaciones de depósitos de Al y Ti, con área relativa 0.07.

Sim.	<i>R1</i>	<i>R2</i>	<i>n_{Al}</i>	<i>n_{Ti}</i>	Distancia Bla-subst (cm)	Área relativa	<i>Y_{Ti}</i>	<i>Y_{Al}</i>
S16	0.9	2.5	1.55	0.9	2	0.07	0.307	0.647
S17	0.9	2.5	1.55	0.9	3	0.07	0.307	0.647
S19	0.9	2.5	1.55	0.9	5	0.07	0.307	0.647

R1 y *R2*, delimitan el ancho del racetrack, *n_{Al}* y *n_{Ti}*, nos indican como se distribuyen angularmente las partículas expulsadas y, *Y_{Ti}* y *Y_{Al}*, son los rendimientos de sputtering.

Acabamos de demostrar que el código CO-SS puede reproducir la distribución longitudinal de espesor para películas depositadas sólo de un elemento, Al, y para películas depositadas de dos elementos, Al y Ti, variando la distancia blanco-substrato, en el último caso cuando la contribución de Ti al racetrack es pequeña, ya que el código sólo toma en cuenta la aportación de los elementos al racetrack. Sin embargo, el código no pudo reproducir la distribución longitudinal de espesor para películas depositadas con área relativa 0.15 y 0.30, utilizando los datos que aparecen en la tabla 3.IV. Los suavizados indican mayor aportación de Al para las muestras con área relativa 0.15, implicando un incremento significativo en el espesor las películas, aumentando más aun para el área relativa 0.30.

Esto implicó realizar variaciones en las distribuciones angulares, de los átomos expulsados de los blancos, intentando ajustar la distribución longitudinal de espesor, aunque esto no va de acuerdo con la teoría ya que la distribución angular de los átomos expulsados de un blanco sólo depende de la energía de los iones incidentes de Ar, sobre el blanco, y todos los depósitos se hicieron con la misma diferencia de potencial, 300 V.

En estos ajustes se mantuvo fijo el rendimiento de sputtering para ambos elementos y las variaciones en los exponentes, de las distribuciones angulares atómicas, estuvieron entre 0.5 y 2.0, con un incremento de 0.05.

El código CO-SS pudo reproducir la distribución longitudinal de espesor, como ya se había mencionado, para las depósitos con área relativa 0.07, encontrando que la distribución angular para los átomos de Al y Ti no varió al aumentar la distancia blanco-substrato. Sin embargo, en los ajustes para el área relativa 0.15, cambió el valor del exponente n_{Al} para las diferentes distancias blanco-substrato, encontrando que para 2 cm, n_{Al} fue 1.3 y n_{Ti} fue 0.9, y para 3 y 5 cm los exponentes coincidieron, n_{Al} fue 1.0 y n_{Ti} fue 0.9, es decir, la distribución angular no se modificó después de 3 cm.

El valor encontrado para el exponente n_{Al} , en el caso de la distancia blanco-substrato igual a 2 cm, fue 1.3, esto implica que la distribución angular de los átomos es menos direccionada, comparada con el valor 1.55, determinado de las simulaciones para los depósitos realizados sólo de Al y área relativa 0.07. Por lo tanto, la distribución de los átomos sobre el substrato es más extendida aumentado la distribución de espesor de la película en un intervalo mayor. Ahora, al aumentar la distancia blanco-substrato a 3 y 5 cm, el valor del exponente n_{Al} es 1.0, volvió a disminuir, implicando una distribución menos direccionada, aumentando la distribución de espesor en un intervalo aun mayor sobre el substrato (ver figura 1.8, sección 1.2.1. capítulo 1)

Ahora, para esta área relativa, 0.15, la única distribución angular que cambió fue la de Al, esto recae en el hecho de que en las muestras existe una mayor contribución de este elemento a los largo del substrato y la contribución de Ti sólo se observa, aproximadamente, entre 0.0 y 3.0 cm, que corresponde a la caída en la distribución de espesor de la película.

Las gráficas 3.17, 3.18 y 3.19, muestran las simulaciones S25, S23 y S22, con área relativa de 0.15, en las cuales se determinaron, para diferentes distancias blanco-substrato, los exponentes n_{Al} y n_{Ti} , manteniendo fijos los rendimientos de sputtering de ambos elementos. En estas gráficas el corrimiento del máximo de la contribución de Al, hacia el centro de la gráfica, es apenas perceptible. En estas simulaciones ya hay dos piezas de Ti en el blanco, entonces la contribución de átomos de Al a la película es menor, en la zona del substrato que se encuentra encima de las piezas, que con una pieza de Ti (ver figura 2.2, sección

2.1.1, capítulo 2). Por lo tanto, la cantidad de Ti sobre el sustrato aumentó, comparado con las figuras 3.11, 3.12 y 3.13, conservando la característica de que al aumentar la distancia blanco-sustrato la distribución de los átomos de Ti era más extendida en el sustrato.

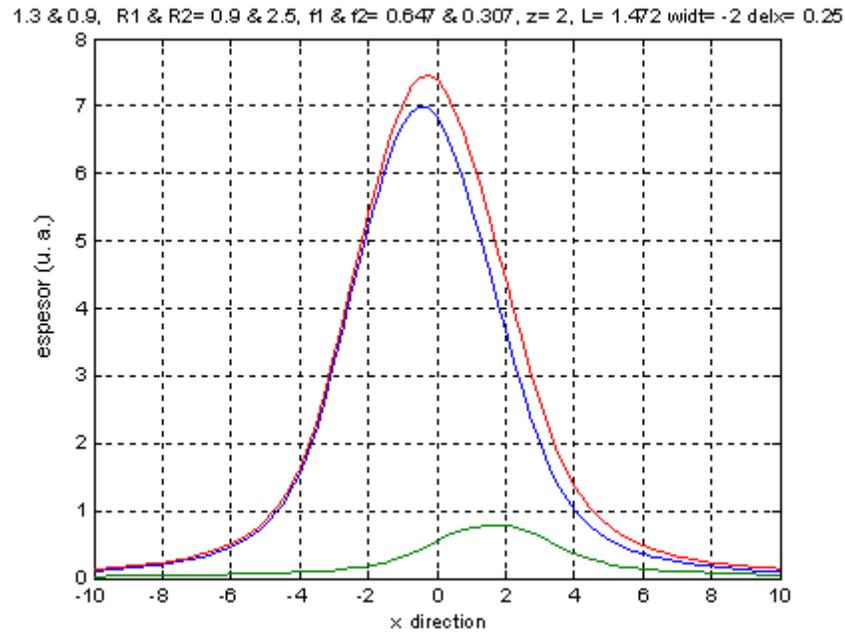


Figura 3.17. Simulación S25 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 2 cm.

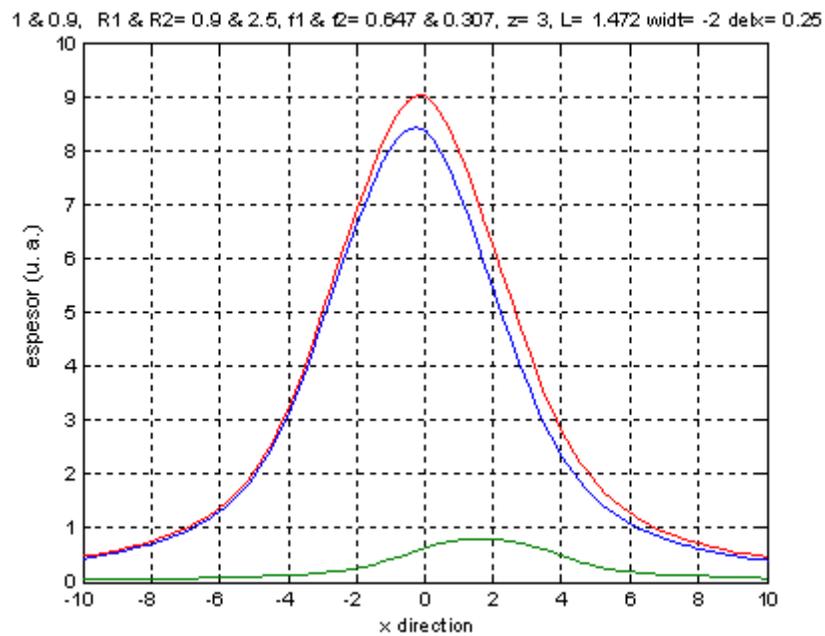


Figura 3.18. Simulación S23 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 3 cm.

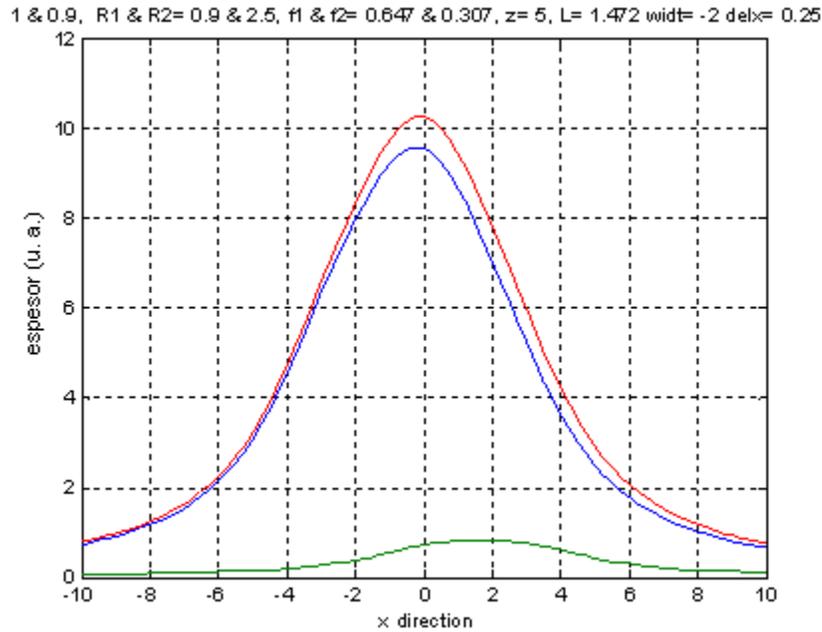


Figura 3.19. Simulación S22 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 5 cm.

Las figuras 3.20, 3.21 y 3.22, presenta las comparaciones del suavizado Savitzky-Golay con las simulaciones realizadas con el código CO-SS, para las muestras con área relativa 0.15. Los ajustes fueron obtenidos realizando variaciones de los exponentes n_{Ti} y n_{Al} , ya que el rendimiento de sputtering para ambos elementos se mantuvo fijo.

La figura 3.20, muestra el mejor ajuste en la distribución de espesor para área relativa 0.15. La figura 3.21, muestra una buena aproximación, aunque presenta un desajuste ligero en la caída, entre 1.0 y 5.0 cm. La figura 3.22, muestra una discrepancia debido a un depósito irregular, entre 1.5 y 5.0 cm. Es importante señalar que la distribución de espesor de las películas reproduce el comportamiento de corrimiento, apenas perceptible, del máximo hacia el centro de la gráfica, visto en las simulaciones S25, S23 y S22. La línea roja, con círculos, representa el suavizado Savitzky-Golay y la línea negra, con cuadros, la simulación del depósito. En las gráficas, el eje x muestra la posición analizada sobre el substrato, en cm, y el eje y el “espesor” en unidades arbitrarias, normalizado.

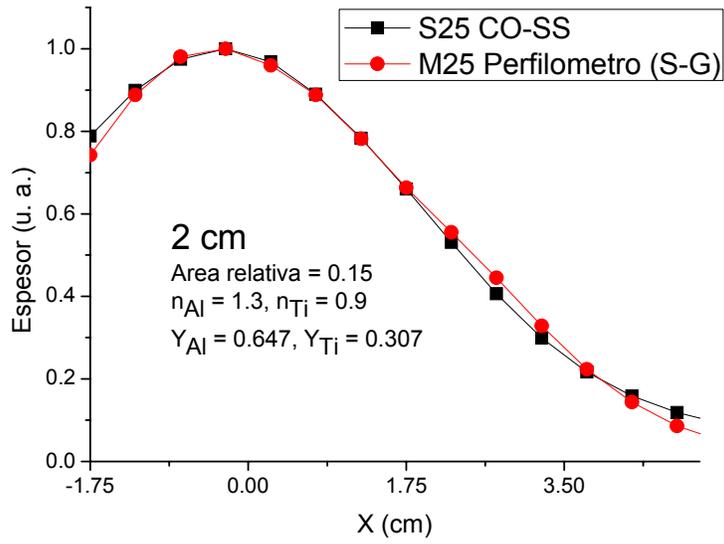


Figura 3.20. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M25, y simulación S25.

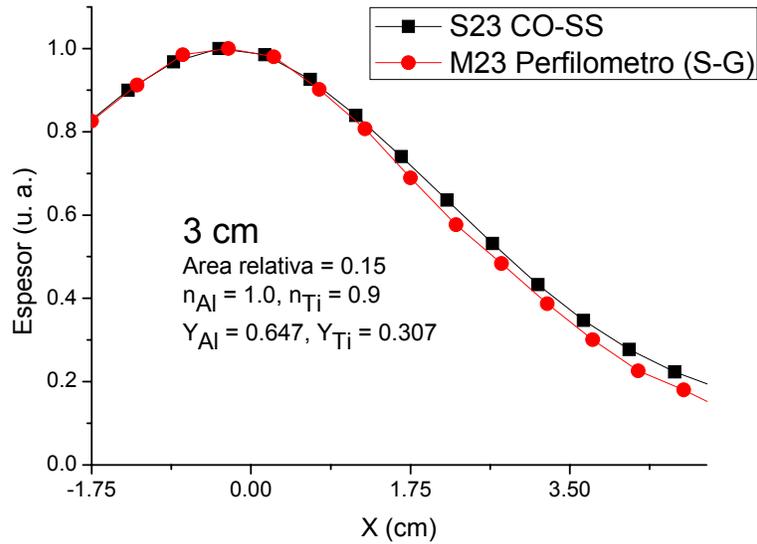


Figura 3.21. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M23, y simulación S23.

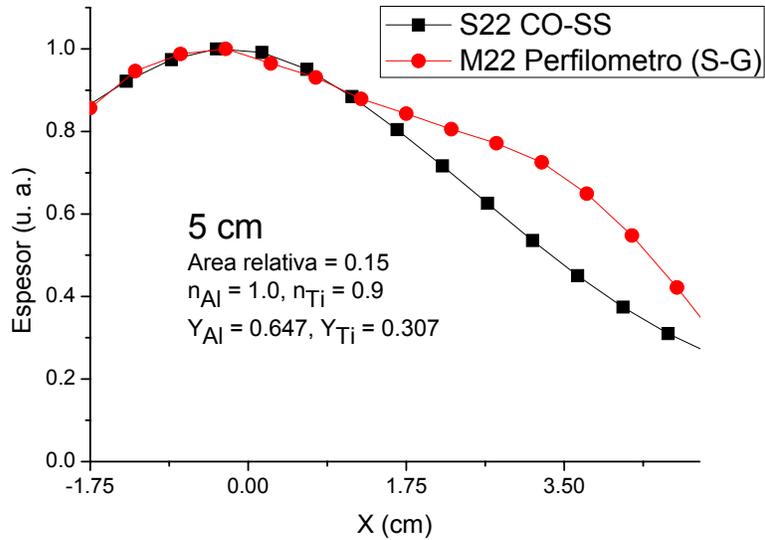


Figura 3.22. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M22, y simulación S22.

Las figuras 3.20, 3.21 y 3.22, nos muestra el código CO-SS se puede usar para simular la distribución de espesor de depósitos realizados de dos elementos, Al y Ti, para un área relativa 0.15. De este análisis se corroboran los valores reportados en la literatura para los rendimientos de sputtering y se determinan los exponentes n_{Al} y n_{Ti} para las distribuciones angulares de los átomos de Al y Ti, con la característica de que estos valores cambiaron al aumentar la distancia blanco-substrato. La Tabla 3.V, muestra un resumen de los parámetros utilizados para realizar las simulaciones de depósitos de Al y Ti, para área relativa 0.15.

Tabla. 3.V. Parámetros para simulaciones de depósitos de Al y Ti, con área relativa 0.15.

Sim.	$R1$	$R2$	n_{Al}	n_{Ti}	Distancia Bla-subst (cm)	Área relativa	Y_{Ti}	Y_{Al}
S25	0.9	2.5	1.3	0.9	2	0.07	0.307	0.647
S23	0.9	2.5	1.0	0.9	3	0.07	0.307	0.647
S22	0.9	2.5	1.0	0.9	5	0.07	0.307	0.647

$R1$ y $R2$, delimitan el ancho del racetrack, n_{Al} y n_{Ti} , nos indican como se distribuyen angularmente las partículas expulsadas y Y_{Ti} y Y_{Al} , son los rendimientos de sputtering.

El código CO-SS reproduce la distribución longitudinal de espesor para las muestras con área relativa 0.15, haciendo variaciones en los exponentes n_{Al} y n_{Ti} , para las diferentes distancias de depósito. Ahora, para el caso de las muestras con área relativa 0.30, se repite la misma situación, es decir, cambian los exponentes al aumentar la distancia blanco-substrato, encontrando que para 2 cm, n_{Al} fue 1.2 y n_{Ti} fue 0.9, y para 3 y 5 cm los exponentes volvieron a coincidir, n_{Al} fue 0.7 y n_{Ti} fue 0.9.

Como ya habíamos mencionado, al disminuir más aun el valor del exponente n_{Al} la distribución angular de los átomos de Al es menos direccionada, teniendo como consecuencia que, en las distancias blanco-substrato 3 y 5 cm, la distribución angular de los átomos de Ti sea más direccionada que la de los átomos de Al. Por lo tanto, aumenta la distribución de espesor de la película en un intervalo mayor sobre el substrato. El cambio en la distribución angular de los átomos de Al, por medio del exponente n_{Al} , se debe a la misma razón que para el caso de área relativa 0.15.

Las gráficas 3.23, 3.24 y 3.25, muestran las simulaciones S31, S30 y S27, con área relativa de 0.30, en las cuales se determinaron, para diferentes distancias blanco-substrato, nuevos exponentes n_{Al} y n_{Ti} , manteniendo fijos los rendimientos de sputtering de ambos elementos. En estas gráficas el corrimiento del máximo de la contribución de Al, hacia el centro de la gráfica, es más visible que en los casos con áreas relativas 0.07 y 0.15. En estas simulaciones hay tres piezas de Ti en el blanco, entonces la contribución de átomos de Al a la película es muy pequeña, en la zona del substrato que se encuentra encima de las piezas (ver figura 2.2, sección 2.1.1, capítulo 2). Además, la cantidad de Ti sobre el substrato aumentó, comparado con las figuras 3.17, 3.18 y 3.19, conservando la característica de que al aumentar la distancia blanco-substrato la distribución de los átomos de Ti es más extendida en el substrato.

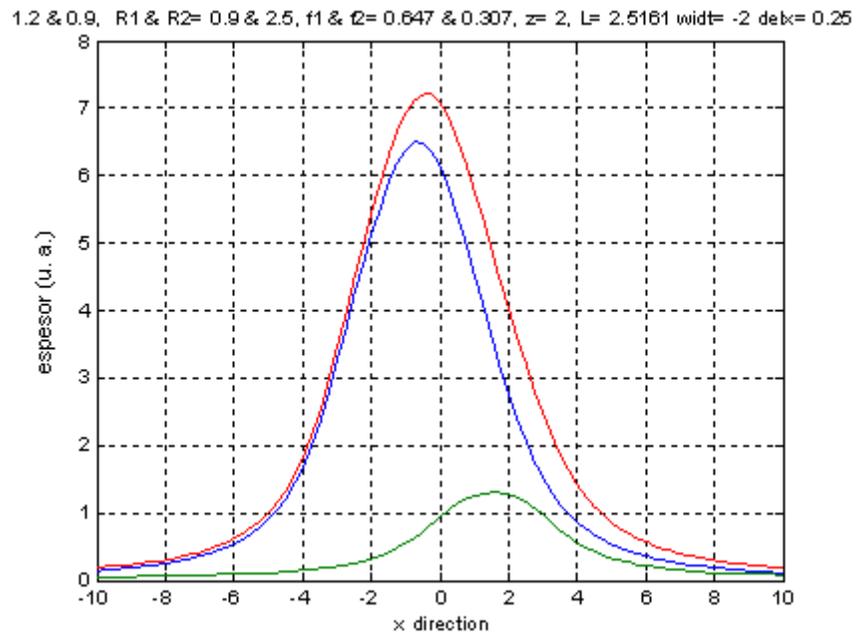


Figura 3.23. Simulación S31 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 2 cm.

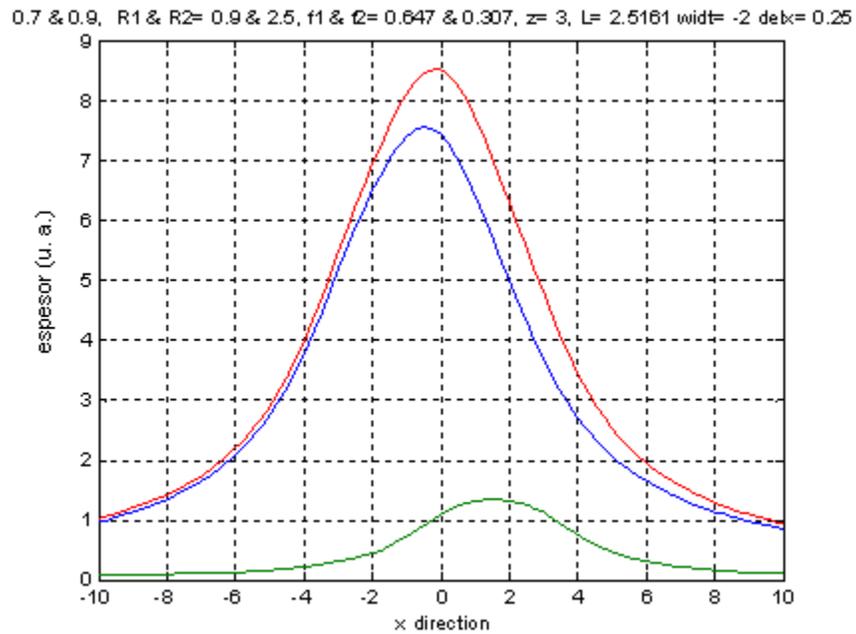


Figura 3.24. Simulación S30 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 3 cm

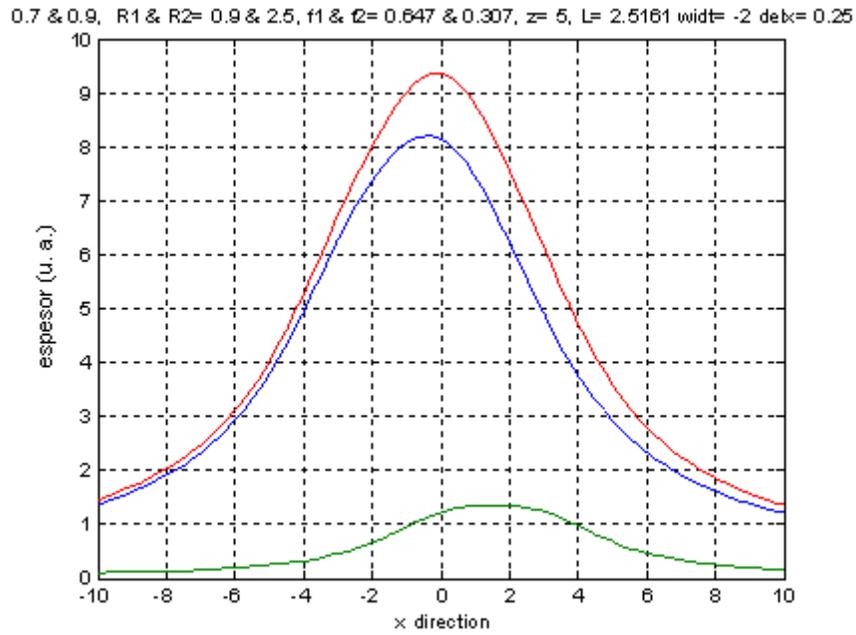


Figura 3.25. Simulación S27 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 5 cm

Las figuras 3.26, 3.27 y 3.28, presenta las comparaciones del suavizado Savitzky-Golay con las simulaciones realizadas con el código, para las muestras con área relativa 0.30. Los ajustes fueron obtenidos realizando variaciones en los exponentes n_{Ti} y n_{Al} , ya que el rendimiento de sputtering, para ambos elementos, se mantuvo fijo.

La figura 3.26, muestra el mejor ajuste en la distribución de espesor para área relativa 0.30. La figura 3.27, muestra una buena aproximación, aunque presenta un desajuste en la caída, entre 1.75 y 5.0 cm. La figura 3.28, muestra un buen ajuste hasta 3.5 cm. Es importante señalar que la distribución de espesor de las películas no reproduce el comportamiento de corrimiento del máximo hacia el centro de la gráfica, visto en las simulaciones correspondientes a estos experimentos. En las gráficas, el eje x muestra la posición analizada sobre el sustrato, en cm, y el eje y el “espesor” en unidades arbitrarias, normalizado. La línea roja, con círculos, representa el suavizado Savitzky-Golay y la línea negra, con cuadros, la simulación del depósito.

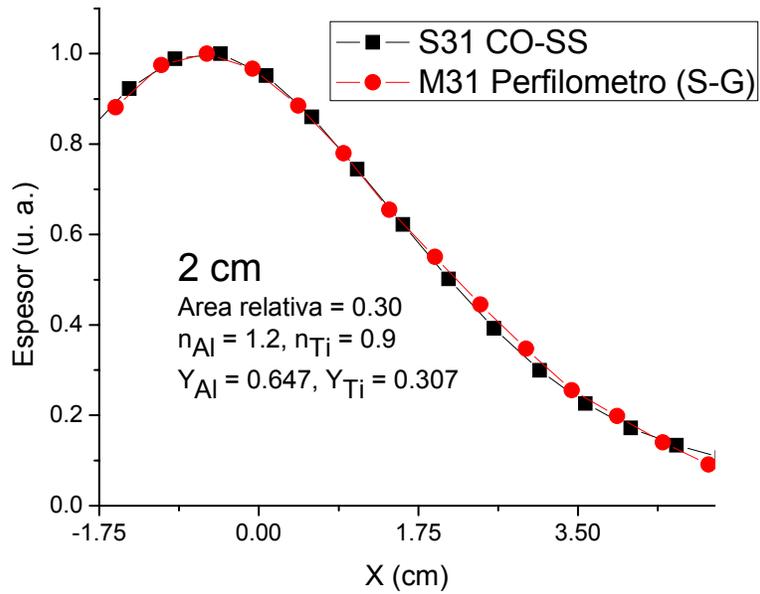


Figura 3.26. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M31, y simulación S31.

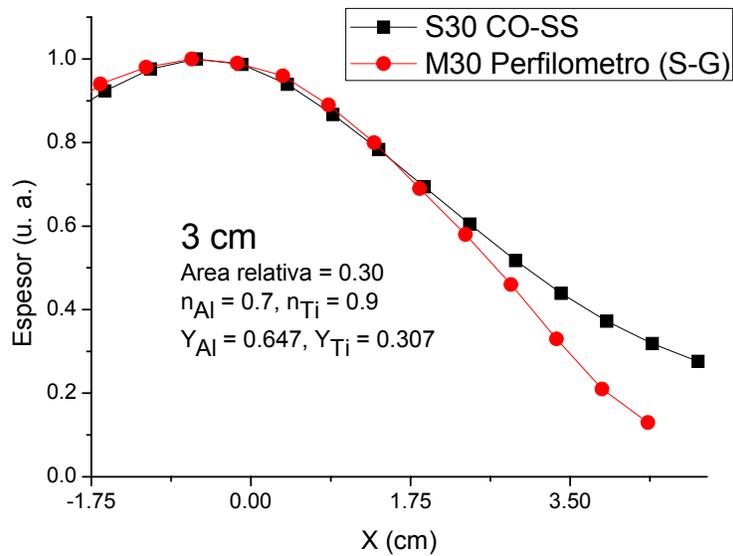


Figura 3.27. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M30, y simulación S30.

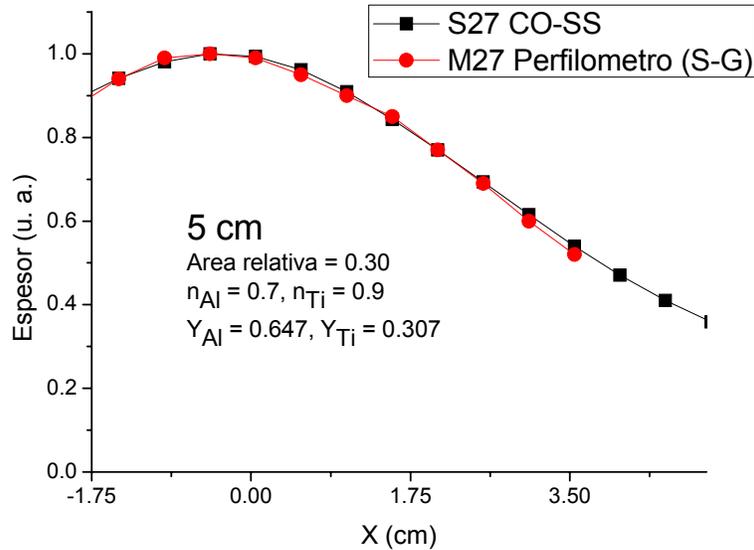


Figura 3.28. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M27, y simulación S27.

Las figuras 3.26, 3.27 y 3.28, nos muestran que el código CO-SS simula la distribución de espesor de un depósito realizado de dos elementos, Al y Ti, para un área relativa 0.30. Corroborando, una vez más, los rendimientos de sputtering reportados en la literatura y se determinan nuevos exponentes n_{Al} y n_{Ti} , para las distribuciones angulares de los átomos de Al y Ti, valores que cambiaron al aumentar la distancia blanco-substrato. La Tabla 3.VI, muestra un resumen de los parámetros utilizados para realizar las simulaciones de depósitos de Al y Ti, para un área relativa 0.30.

Tabla. 3. VI. Parámetros para simulaciones de depósitos de Al y Ti, con área relativa 0.30.

Sim.	$R1$	$R2$	n_{Al}	n_{Ti}	Distancia Bla-subst (cm)	Área relativa	Y_{Ti}	Y_{Al}
S31	0.9	2.5	1.2	0.9	2	0.07	0.307	0.647
S30	0.9	2.5	0.7	0.9	3	0.07	0.307	0.647
S27	0.9	2.5	0.7	0.9	5	0.07	0.307	0.647

$R1$ y $R2$, delimitan el ancho del racetrack, n_{Al} y n_{Ti} , nos indican como se distribuyen angularmente las partículas expulsadas y, Y_{Ti} y Y_{Al} , son los rendimientos de sputtering.

Como resumen de esta sección, se puede decir que el código CO-SS reproduce de buena manera la distribución de espesor de películas depositadas de Al y Ti. En el caso de área relativa 0.07, se confirma la distribución angular de los átomos de Al, determinada del análisis de las película depositadas sólo de Al, y, a su vez, determina el valor del exponente n_{Ti} , ambas distribuciones angulares no cambiaron al aumentar la distancia blanco-substrato. Sin embargo, para los casos con área relativa 0.15 no se conservaron los valores de las distribuciones angulares de los átomos de Al y Ti, por lo tanto, se determinaron nuevos valores para la distribución angular de los átomos de Al, observando que al aumentar la distancia blanco-substrato el exponente n_{Al} disminuía. El mismo caso fue observado para los casos con área relativa 0.30 disminuyendo más el valor del exponente n_{Al} . Al disminuir el exponente n_{Al} cambia la distribución angular, es menos direccionada, consecuentemente la distribución longitudinal de espesor de la película es diferente, siendo más extendida mientras más pequeño es el valor de dicho exponente.

3.2.2.2 Simulaciones y resultados del análisis con el acelerador van de Graaff de 5.5 MeV

Como ya se había mencionado, analizamos la distribución longitudinal de los elementos, por medio de la relación Al/Ti, con la técnica RBS, obteniendo cinco puntos (a, b, c, d y e), los cuales coincidieron con los puntos correspondientes, de la relación Al/Ti, de las simulaciones recorriéndolos 1.75 cm, ver figura 2.2, capítulo 2. En esta sección compararemos estos resultados con los resultados de las simulaciones, realizadas con el código CO-SS. Los valores usados en estas simulaciones son los que obtuvimos de análisis de la distribución longitudinal de espesor para el área relativa 0.07, estos valores son: $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$, manteniendo fijos los rendimientos de sputtering de ambos elementos. Además de los otros valores experimentales, como son: distancia blanco-substrato y ancho del racetrack. El ajuste buscado en esta sección era hacer que la diferencia en la relación Al/Ti fuera mínima para cada punto.

Las figuras 3.29, 3.30 y 3.31, muestran la comparación de la relación Al/Ti para las muestras con área relativa 0.07. El ajuste observado fue la base para fijar el valor del exponente n_{Ti} y corroborar el exponente n_{Al} , este último determinado de la distribución de espesor para películas depositadas sólo de Al. En las gráficas, en el eje x observamos la distribución de los elementos, con respecto a la posición real del sustrato, en cm, en el eje y y la relación Al/Ti. El 0.0 en el eje x , es el punto de referencia y representa el centro del blanco de Al.

La figura 3.29 representa buen ajuste sobre todo el sustrato. La figura 3.30, muestra sólo un ligero desajuste en el punto central. La figura 3.31, muestra el mejor ajuste para estas muestras, es decir, los datos de la relación Al/Ti simulada con nuestro código y los resultados RBS, concuerdan.

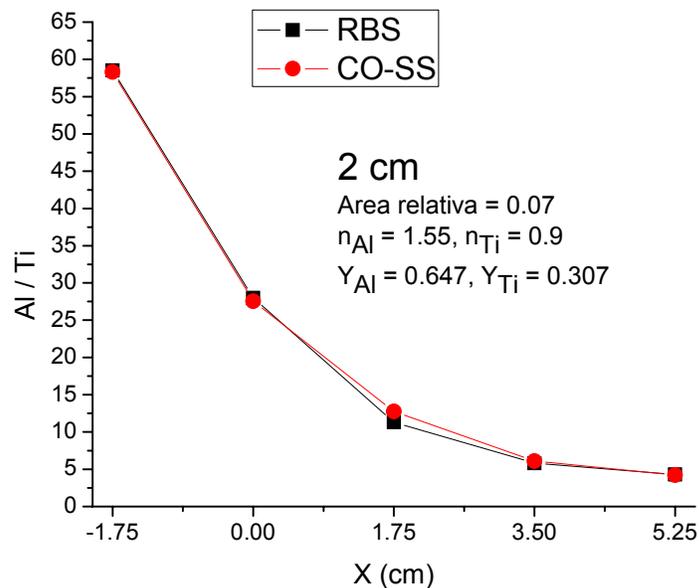


Figura 3.29. Comparación entre S16 y M16 para una distancia blanco-sustrato igual a 2 cm.

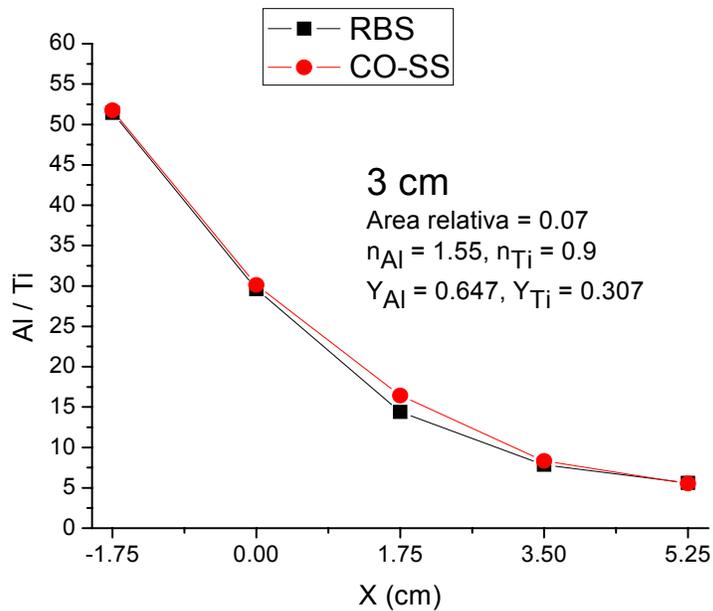


Figura 3.30. Comparación entre S17 y M17 para una distancia blanco-substrato igual a 3 cm.

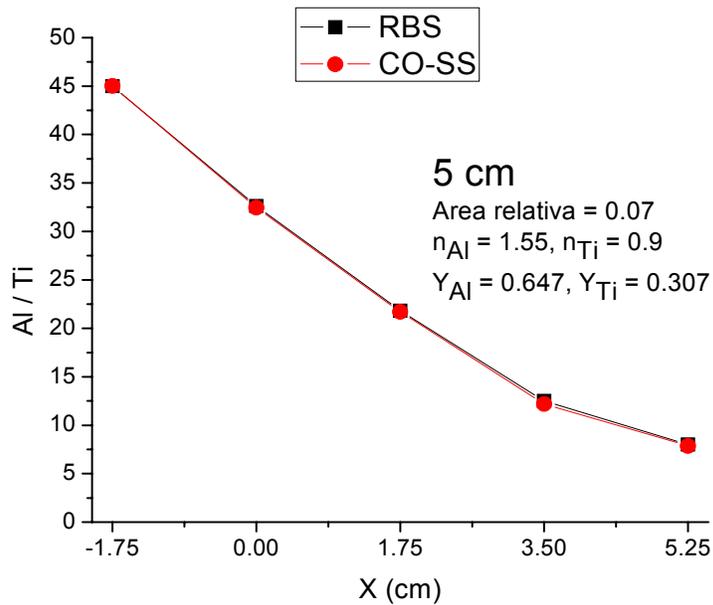


Figura 3.31. Comparación entre S19 y M19 para una distancia blanco-substrato igual a 5 cm.

Las figuras 3.29, 3.30 y 3.31, muestran que el código puede reproducir la distribución de Al y Ti, para las muestras con área relativa 0.07, por medio de la relación Al/Ti, debido a que los valores obtenidos de las simulaciones y con la técnica RBS son muy similares. Además, se debe tomar en cuenta que los datos usados para estas simulaciones son los mismos de las

simulaciones para la distribución longitudinal de espesor, vistos en la tabla 3.IV.

Ahora, repetimos la misma operación para las muestras con área relativa 0.15, usando los valores que se obtuvieron del análisis de la distribución longitudinal de espesor para esta área relativa. Los valores de los exponentes de las distribuciones angulares para una distancia blanco-substrato igual a 2 cm son: $n_{Al} = 1.3$ y $n_{Ti} = 0.9$, y para 3 y 5 cm son: $n_{Al} = 1.0$ y $n_{Ti} = 0.9$, manteniendo fijos los rendimientos de sputtering de ambos elementos. Además de los otros valores experimentales, distancia blanco-substrato y ancho del racetrack.

Las figuras 3.32, 3.33 y 3.34, muestran la comparación de la relación Al/Ti para las muestras con área relativa 0.15. Como se puede observar en estas comparaciones los nuevos exponentes de las distribuciones angulares, determinados de la distribución de espesor para esta área relativa, no lograron reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti. Por lo tanto, podemos decir que el código CO-SS no puede simular la distribución de elementos sobre el substrato, usando los valores encontrados en la Tabla 3. V.

La figura 3.32 representa un desajuste total entre -1.75 y 3.5 cm. En la figura 3.33, empeora la diferencia entre los puntos, y entre 3.5 y 5.25 el punto experimental está por encima del simulado. La figura 3.34, muestra el peor ajuste para estas muestras. En las gráficas, en el eje x observamos la distribución de los elementos, con respecto a la posición real del substrato, en cm, en el eje y la relación Al/Ti.

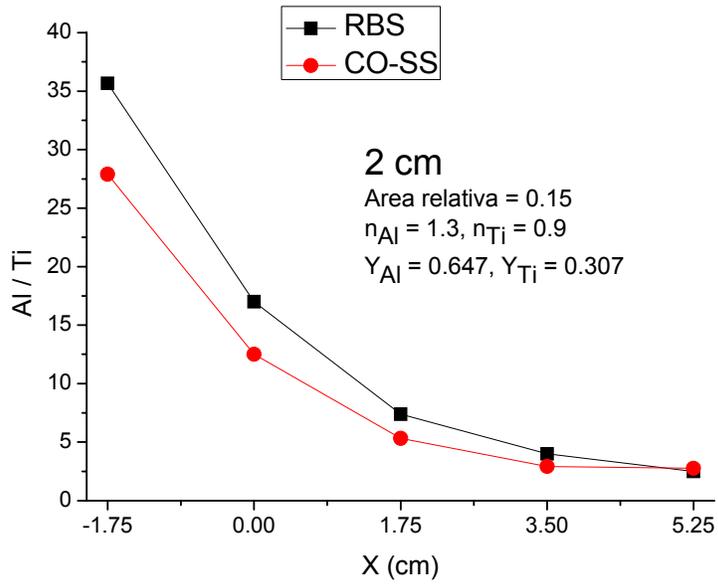


Figura 3.32. Comparación entre S25 y M25 para una distancia blanco-substrato igual a 2 cm.

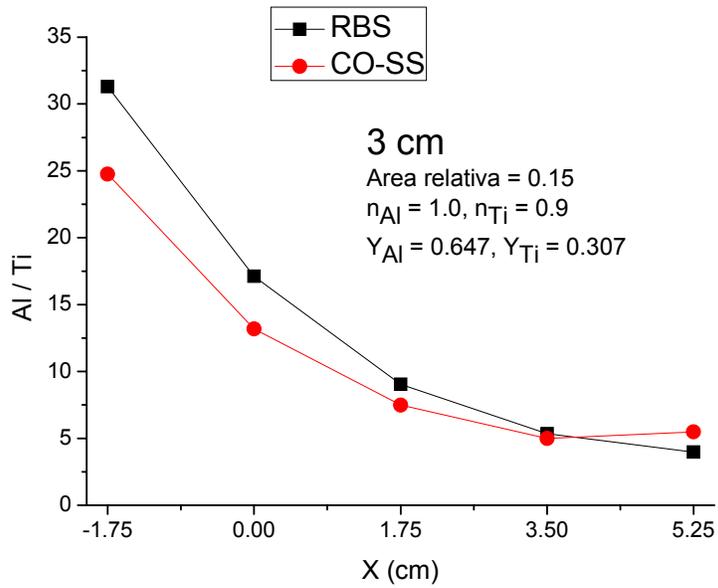


Figura 3.33. Comparación entre S23 y M23 para una distancia blanco-substrato igual a 3 cm.

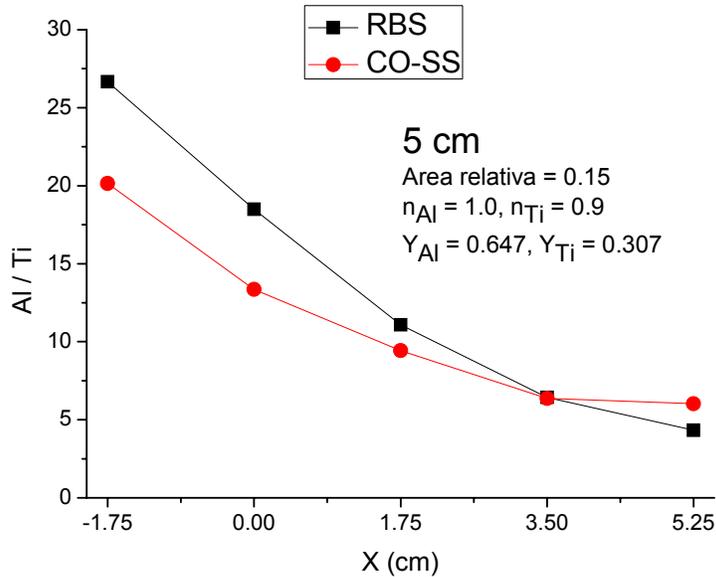


Figura 3.34. Comparación entre S22 y M22 para una distancia blanco-substrato igual a 5 cm.

Ahora, analizamos los casos para las muestras con área relativa 0.30, con los valores que se obtuvieron del análisis de la distribución longitudinal de espesor para esta área relativa. Los valores de los exponentes, de las distribuciones angulares, para una distancia blanco-substrato igual a 2 cm son: $n_{Al} = 1.2$ y $n_{Ti} = 0.9$, y para 3 y 5 cm son: $n_{Al} = 0.7$ y $n_{Ti} = 0.9$, manteniendo fijos los rendimientos de sputtering de ambos elementos.

Las figuras 3.35, 3.36 y 3.37, muestran la comparación de la relación Al/Ti para las muestras con área relativa 0.30. Como se puede observar en estas comparaciones los nuevos exponentes de las distribuciones angulares, determinados de la distribución de espesor para esta área relativa, no lograron reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti. Además, el comportamiento de estas simulaciones es muy similar al obtenido para las muestras con área relativa 0.15. Por lo tanto, el código CO-SS no puede simular la distribución de elementos sobre el substrato, usando los valores encontrados en la Tabla 3. VI.

La figura 3.35 representa un desajuste total entre -1.75 y 3.5 cm. En la figura 3.36, empeora la diferencia entre los puntos en el intervalo 3.5 - 5.25, además, el punto experimental se encuentra encima del simulado. La figura 3.37, muestra el peor ajuste para estas muestras.

En las gráficas, en el eje x observamos la distribución de los elementos, con respecto a la posición real del sustrato, en cm, en el eje y la relación Al/Ti .

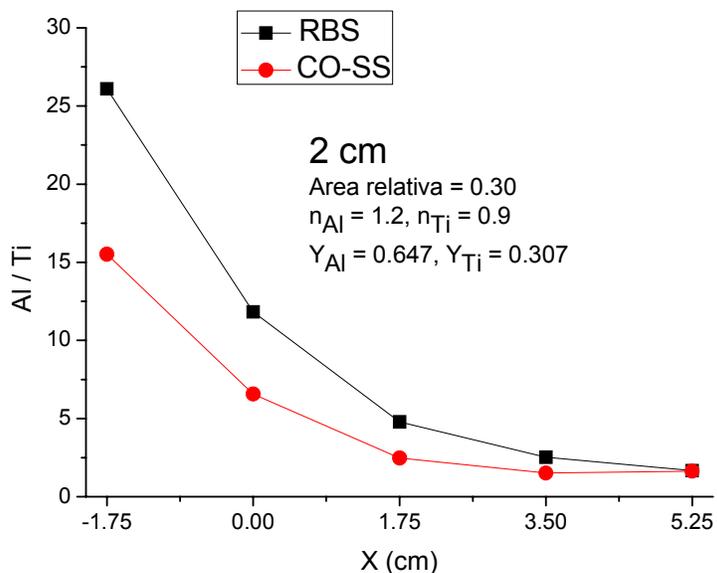


Figura 3.35. Comparación entre S31 y M31 para una distancia blanco-sustrato igual a 2 cm.

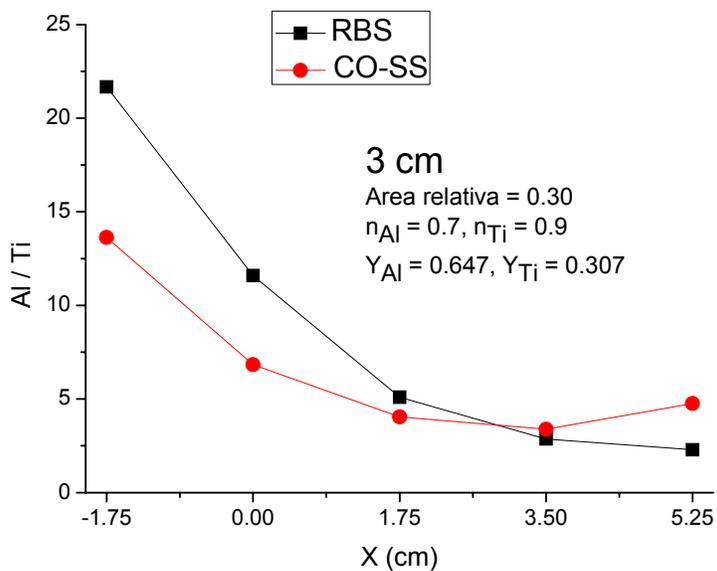


Figura 3.36. Comparación entre S30 y M30 para una distancia blanco-sustrato igual a 3 cm.

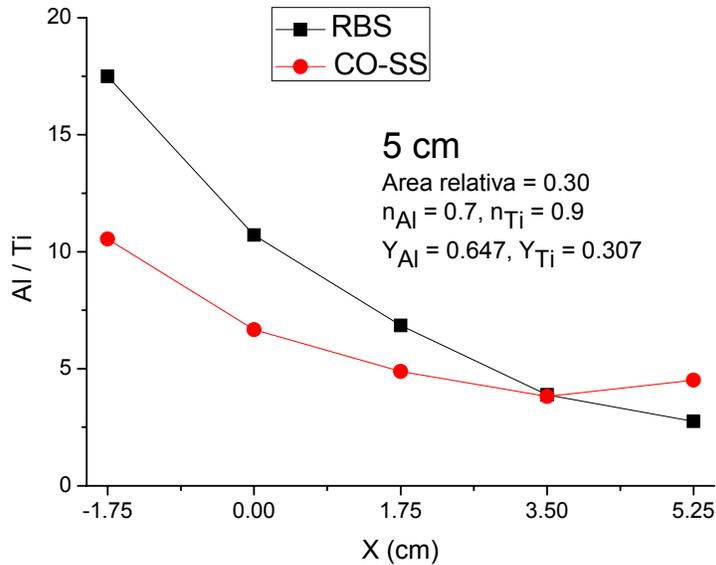


Figura 3.37. Comparación entre S27 y M27 para una distancia blanco-substrato igual a 5 cm.

Como resumen de esta sección, podemos decir que el código CO-SS solamente pudo reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti para el área relativa 0.07, usando los exponentes n_{Al} y n_{Ti} , obtenidos del análisis de la distribución longitudinal de espesor. Sin embargo, el código no logró reproducir la distribución de Al y Ti para las áreas relativas 0.15 y 0.30, usando los valores de n_{Al} y n_{Ti} , estimados de sus correspondientes distribuciones de espesor. Un punto importante es el comportamiento de los puntos de las simulaciones, en los últimos dos casos, ya que es similar, siempre se encuentran debajo de los experimentales, lo que se infiere de esto es que existe una cantidad mayor de Al depositada sobre el substrato, en especial en la zona que se encuentra encima del racetrack del blanco de Al.

Ahora, el objetivo de modificar los exponentes en las áreas relativas 0.15 y 0.30, fue para lograr el mejor ajuste en la distribución de espesor, sin embargo, los exponentes encontrados no funcionaron para reproducir la distribución de Al y Ti sobre el substrato. En ambas áreas relativas, la zona de mayor desajuste corresponde a las zona del substrato que se encuentra justo arriba del racetrack de Al, es decir, entre -1.75 y -0.9, extendiéndose gradualmente en un intervalo mayor por la distribución angular intrínseca de los átomos de Al (ver figuras 2.5 y 2.6, sección 2.2.1, capítulo 2). Analizando el intervalo entre 1.75 y

5.25 cm, observamos que los puntos del código se mantienen de manera casi horizontal, implicando una cantidad constante en la relación Al/Ti, incluso superando al valor experimental en el punto final, en 5.25 cm, en especial para las distancias blanco-substrato de 3 y 5 cm, esto es una consecuencia de la distribución angular usada para los átomos de Al, ya que es menos direccionada, si se compara con la del exponente $n_{Al} = 1.55$, esto genera una distribución más extendida de estos átomos sobre el substrato, además de que en esta zona se encuentra la mayor contribución de Ti a la película.

El punto más importante, que debe ser tomado en cuenta, es que la teoría nos indica que la distribución angular de las partículas, expulsadas de un blanco, sólo depende de la energía de los iones incidentes de Ar y en todos los experimentos, como ya se mencionó, se usó la misma diferencia de potencial, 300 V. Sí los datos experimentales, de la distribución longitudinal de Al y Ti para las áreas relativas 0.15 y 0.30, indican una mayor contribución de Al en la película, en especial en la zona que se encuentra justo encima del racetrack del blanco de Al, entonces, la respuesta momentánea de modificar los exponentes de las distribuciones angulares n_{Al} y n_{Ti} , en los ajustes de la distribución de espesor, no es la correcta. Por lo tanto, debería usarse las mismas distribuciones angulares, n_{Al} y n_{Ti} , en todos los casos e intentar modificar el rendimiento de sputtering como única justificación a la contribución extra de átomos de Al.

La distribución angular de los átomos expulsados y el rendimiento de sputtering son parámetros que dependen de la energía de los iones de Ar que inciden en un blanco. La diferencia entre estos dos parámetros es que las distribuciones angulares, además de ser objetivo de este trabajo, las determinaremos con ayuda del código CO-SS, y los rendimientos de sputtering, los tomamos de la literatura, empero, ambos son parámetros libres en el código, es decir, que pueden ser cambiados.

Antes de hacer variaciones al rendimiento de sputtering del Al, para intentar ajustar la distribución longitudinal de Al y Ti, realizaremos simulaciones con las distribuciones angulares $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$, estimadas para la distribución longitudinal de espesor para las muestras depositadas de Al y, Al y Ti, con área relativa 0.07, y los rendimientos de

sputtering fijos. Este análisis tiene como objetivo observar como una distribución angular mas direccionada de los átomos de Al, afectan la distribución longitudinal de Al y Ti, a lo largo del sustrato.

Las figuras 3.38, 3.39 y 3.40, muestran la comparación de la relación Al/Ti para las muestras con área relativa 0.15. Una vez más el código CO-SS no pudo reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti con los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$ y los rendimientos de sputtering fijos. Empero, los puntos obtenidos del código muestran un comportamiento muy similar manteniéndose debajo de los puntos RBS, es decir, las películas continúan indicando que existe mayor aportación de Al a la película, aun más en la zona del sustrato que se encuentra encima del racetrack del Al. Además, el punto experimental que antes superaba al simulado, ahora se mantiene debajo, ya que el flujo de átomos es más direccionado y estos átomos se concentran, en mayor medida, en un área menos extendida sobre el sustrato, alrededor de la zona que se encuentra encima del racetrack del Al.

La figura 3.38, presenta un desajuste sobre todo el sustrato en mayor medida entre -1.75 y 0.0 cm. La figura 3.39, muestra desajuste casi constante a lo largo del sustrato. La figura 3.40, muestra el mismo comportamiento que los casos anteriores incrementando la distancia entre los puntos, simulados y experimentales, en la zona del sustrato que se encuentra encima del racetrack del Al

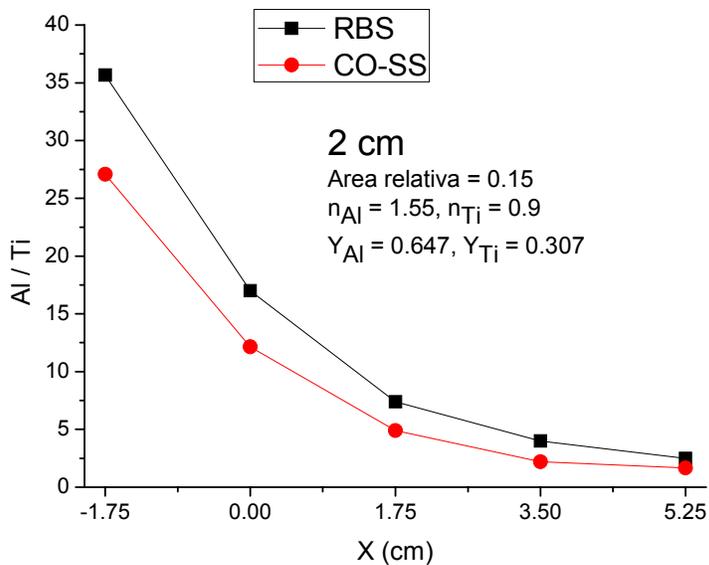


Figura 3.38. Comparación entre S25 y M25 para una distancia blanco-substrato igual a 2 cm,

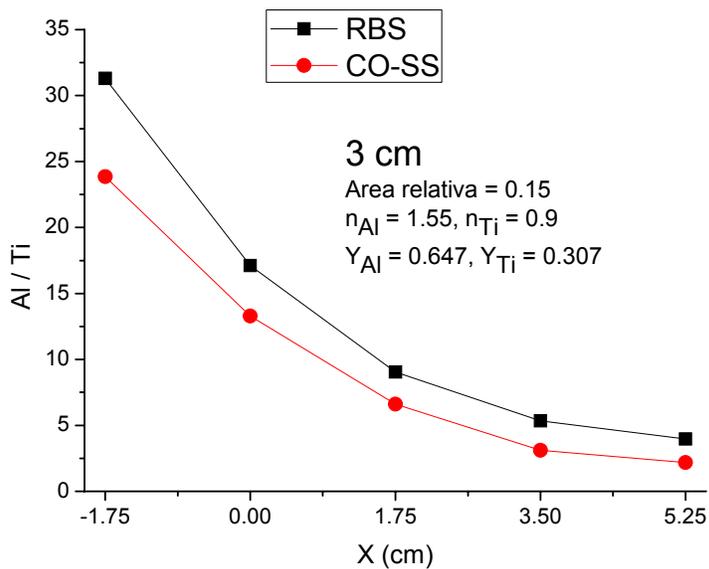


Figura 3.39. Comparación entre S23 y M23 para una distancia blanco-substrato igual a 3 cm,

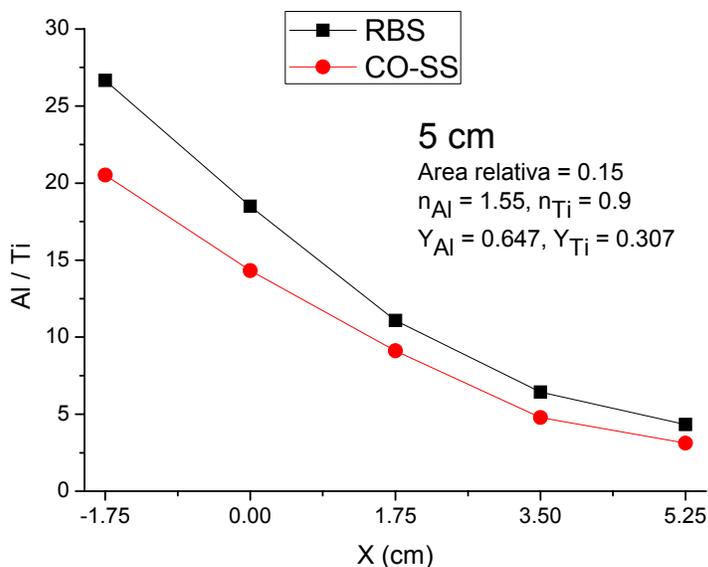


Figura 3.40. Comparación entre S22 y M22 para una distancia blanco-substrato igual a 5 cm,

Las figuras 3.41, 3.42 y 3.43, muestran la comparación de la relación Al/Ti para las muestras con área relativa 0.30. El código CO-SS no pudo reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti con los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$ y los rendimientos de sputtering fijos. Empero, los puntos simulados continúan manteniéndose debajo de los puntos RBS, pero en estos casos la diferencia se incrementa, es decir, la aportación de Al a la película es mayor, comparado con el caso anterior, el área relativa 0.15

La figura 3.41 presenta un desajuste mayor entre -1.75 y 1.75 cm. La figura 3.42, es un caso similar al anterior sólo que la diferencia entre puntos se incrementa. La figura 3.43, muestra el mismo comportamiento de los puntos simulados, evidenciando una aportación mayor de Al a la película.

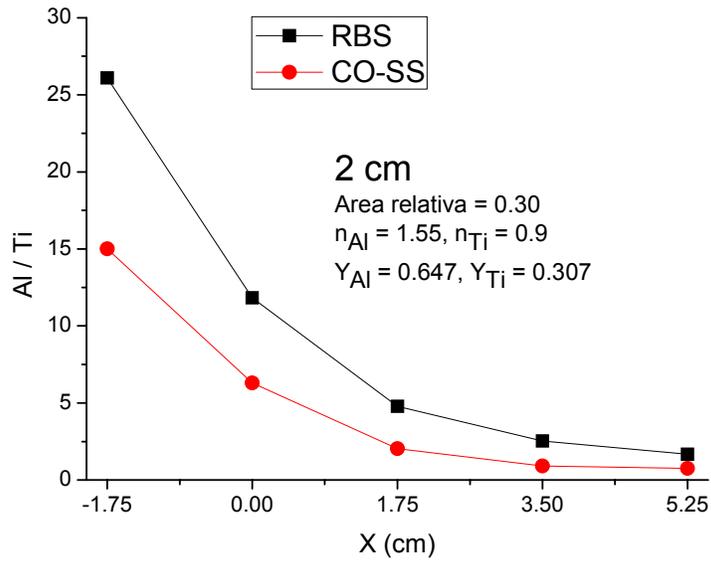


Figura 3.41. Comparación entre S31 y M31 para una distancia blanco-substrato igual a 2 cm,

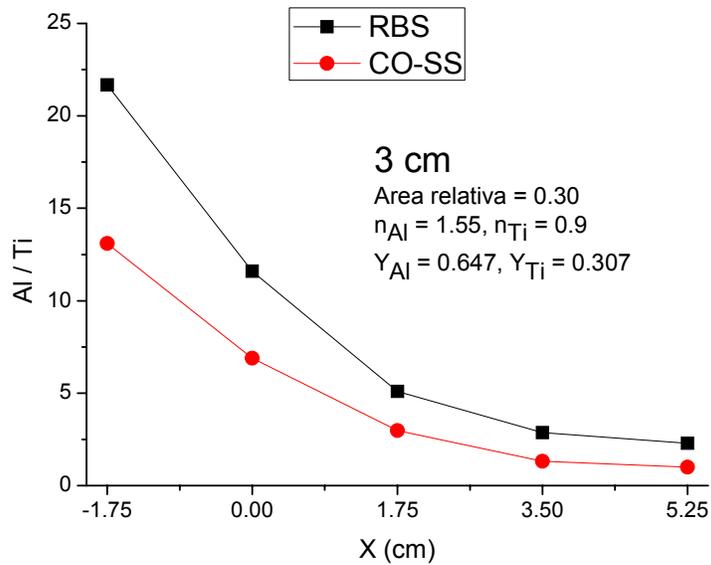


Figura 3.42. Comparación entre S30 y M30 para una distancia blanco-substrato igual a 3 cm,

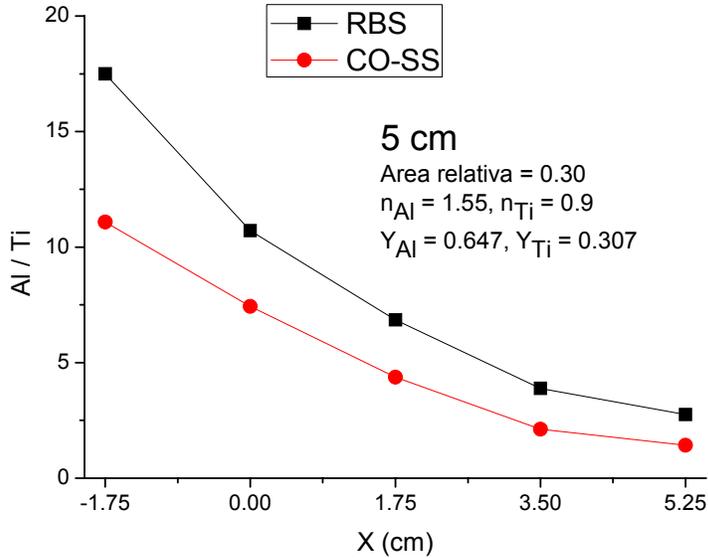


Figura 3.43. Comparación entre S27 y M27 para una distancia blanco-substrato igual a 5 cm,

El código CO-SS no ha podido reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti, haciendo variaciones en las distribuciones angulares de los átomos y manteniendo fijos los rendimientos de sputtering. La única solución al aumento en la contribución de Al en la película, y en mayor medida en la zona del substrato que se encuentra justo debajo del racetrack de Al, es que el rendimiento de sputtering es distinto al encontrado en la literatura para las muestras con área relativa 0.15 y 0.30. Por lo tanto, realizamos variaciones en el rendimiento de sputtering solamente del Al, intentando ajustar las simulaciones con los datos experimentales. Estas variaciones se encontraron entre 0.5 y 1.5, con un incremento de 0.05. El valor del rendimiento de sputtering del Al, que ajuste mejor, será usado para intentar reproducir la distribución longitudinal de espesor.

El valor para el área relativa 0.15, mencionado a continuación, se encontró simplemente aumentando el rendimiento de sputtering para una sola muestra, la M22 depositada a una distancia blanco-substrato igual a 2 cm, después el valor era usado para las demás distancias blanco-substrato. Entonces, para el área relativa 0.30 repetimos el mismo procedimiento, encontrando que al aumentar en la misma proporción (el rendimiento de sputtering de Al reportado en la literatura es 0.647, el aumento en proporción fue 0.2), que para el área relativa 0.15, las simulaciones se ajustaban con los resultados de RBS. El

rendimiento de sputtering encontrado para las áreas relativas 0.15 y 0.30, fue de 0.847 y 1.047, respectivamente. Además, estos resultados serán corroborados con las mediciones del perfilómetro, punto discutido en la siguiente sección.

Las gráficas 3.44, 3.45 y 3.46, muestran las simulaciones para el área relativa 0.15 para las diferentes distancias blanco-substrato. Estas simulaciones son importantes porque muestran el aumento en el rendimiento de sputtering para el Al, cuyo valor cambió de 0.647 a 0.847, lo que implica un aumento del 30%, manteniendo fijos los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$. Esta área relativa nos dice que dos piezas de Ti se encuentran sobre en el blanco, entonces la contribución de átomos de Al a la película es menor, en la zona del substrato que se encuentra encima de las piezas, que con una pieza de Ti (ver figura 2.2, capítulo 2). Aunque el rendimiento de sputtering aumentó 30% y la distribución angular de los átomos de Al es más direccionada, esto no influyó para que el corrimiento del máximo de Al, hacia el centro de la gráfica, se mostrara de la misma forma que con las simulaciones con área relativa 0.07, ya que es apenas perceptible. Además, la cantidad de Ti sobre el substrato aumentó, conservando la característica de que al incrementar la distancia blanco-substrato la distribución de los átomos de Ti es más extendida en el substrato.

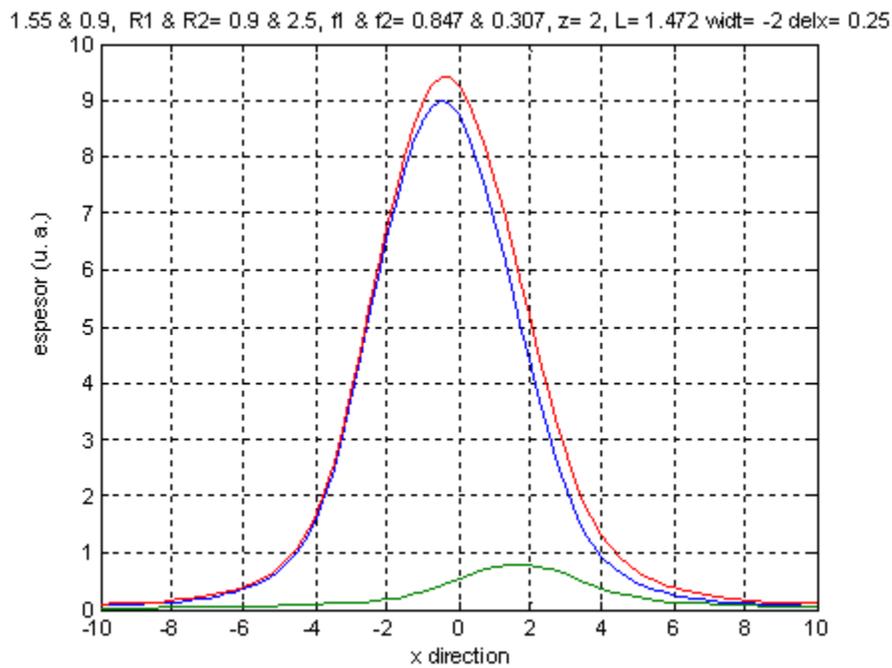


Figura 3.44. Simulación S25 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 2 cm.

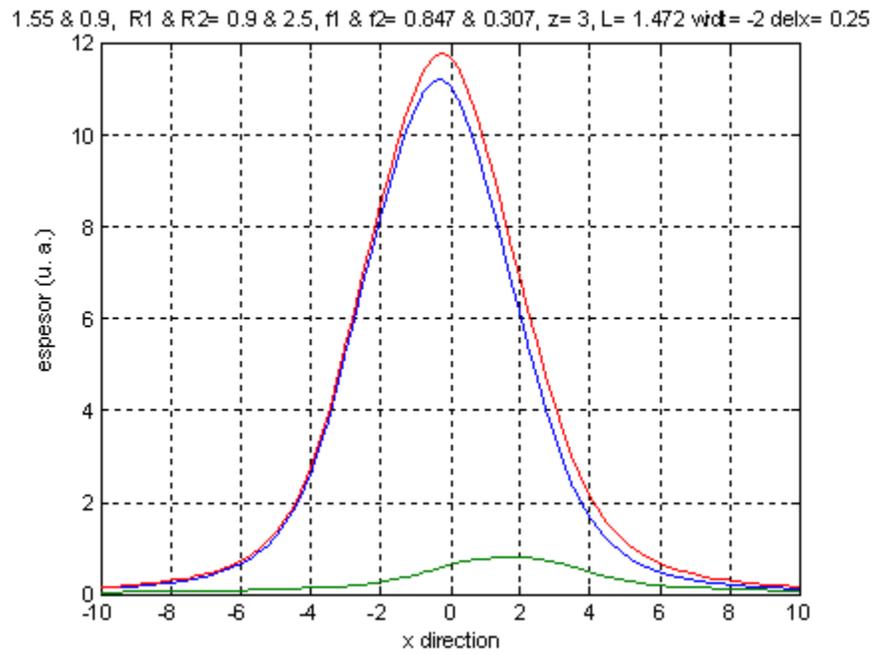


Figura 3.45. Simulación S23 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 3 cm.

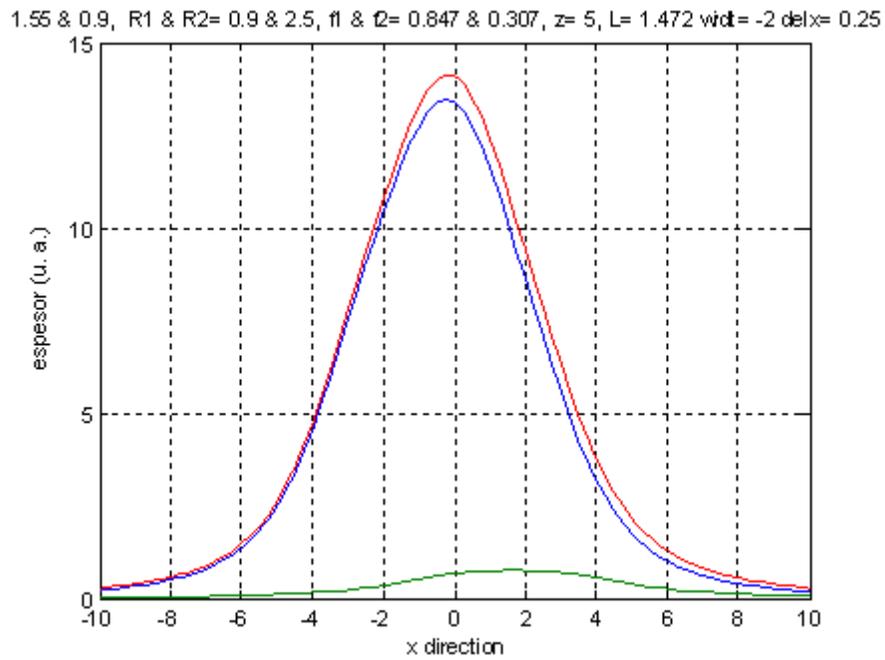


Figura 3.46. Simulación S22 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 5 cm.

Las figuras 3.47, 3.48 y 3.49, muestran la comparación entre los resultados RBS y los simulados con nuestro código, analizando la relación Al/Ti en función de la distribución longitudinal de los elementos sobre el sustrato, para las muestras con área relativa 0.15. En estas gráficas, como habíamos mencionado, se cuenta con un aumento en el rendimiento de sputtering, con el objetivo de lograr que la diferencia entre los puntos simulados y experimentales sea mínima.

La figura. 3.47, presenta una variante ligera en todo el sustrato, los puntos de la simulación debajo de los resultados RBS. La figura. 3.48, se desajusta entre 1.75 y 5.25 cm, otra vez, los resultados de la simulación debajo de los resultados RBS. La figura 3.49, presenta un variación leve en el punto central, aunque la relación Al/Ti mantuvo un buen ajuste a lo largo del sustrato.

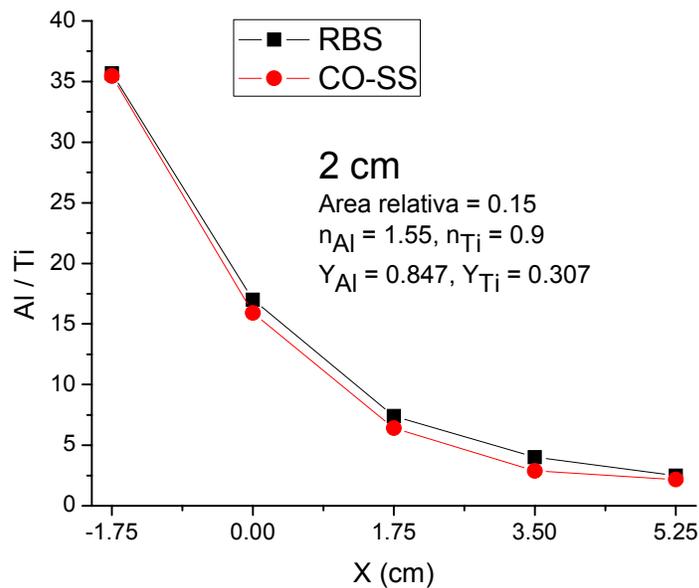


Figura 3.47. Comparación entre S25 y M25 para una distancia blanco-sustrato igual a 2 cm.

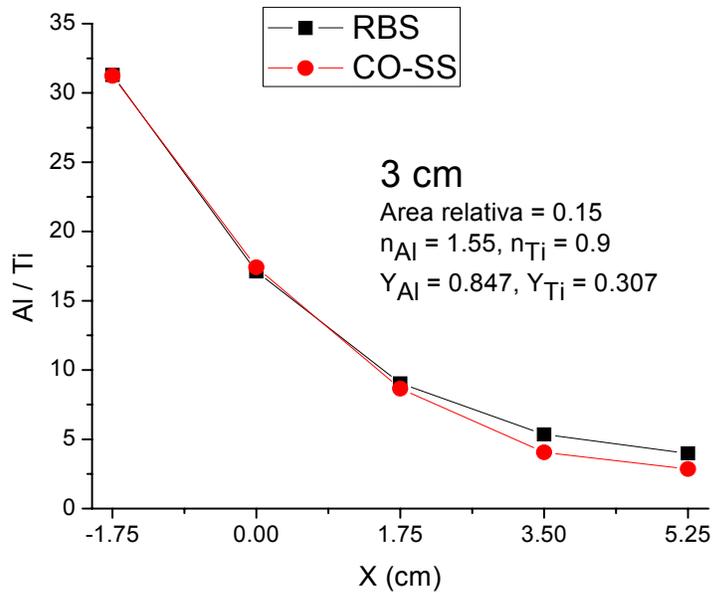


Figura 3.48. Comparación entre S23 y M23 para una distancia blanco-substrato igual a 3 cm.

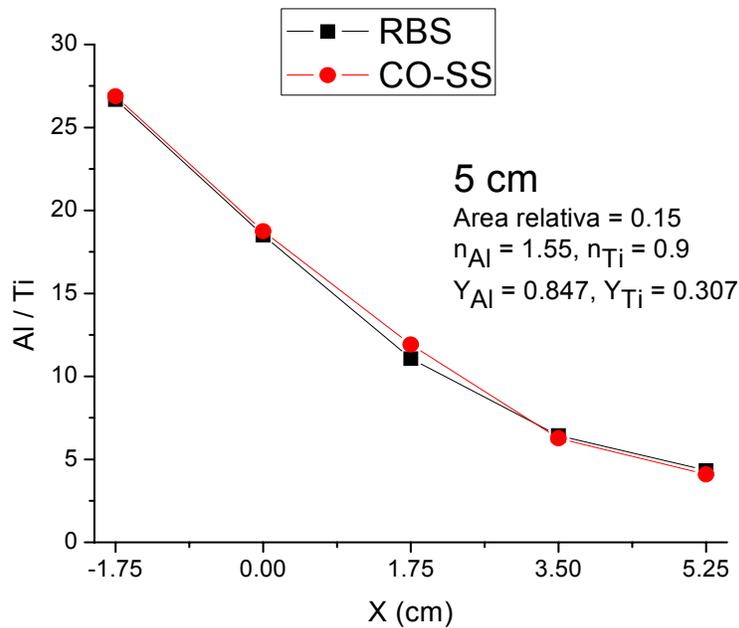


Figura 3.49. Comparación entre S22 y M22 para una distancia blanco-substrato igual a 5 cm.

Observando los ajustes en la relación Al/Ti, entre las simulaciones y los resultados RBS de las figuras 3.47, 3.48 y 3.49, podemos decir que el código CO-SS logró reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti, con un incremento del 30% en el rendimiento de sputtering del Al y usando los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$. El siguiente paso es observar si podemos reproducir la distribución longitudinal de espesor con estos valores.

Las figuras 3.50, 3.51 y 3.52, presentan las comparaciones entre la distribución longitudinal de espesor, después del ajuste Savitzky-Golay, y las simulaciones realizadas con el código, para las muestras con área relativa 0.15. La figura 3.50, muestra un ligero desajuste entre 1.75 y 3.5 cm. La figura 3.51, se desajusta ligeramente a lo largo del sustrato. La figura 3.52, es un caso especial ya que el código no fue capaz de reproducir la distribución longitudinal de espesor.

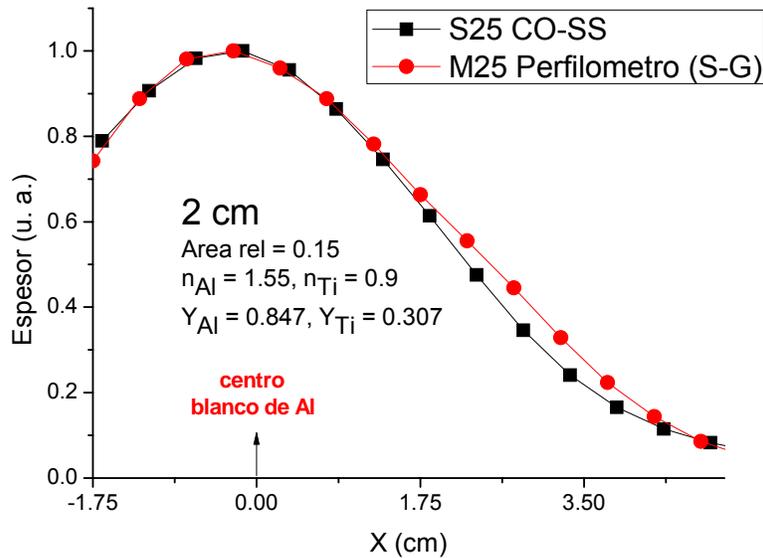


Figura 3.50. Comparación de la distribución de espesor entre experimento M25, y simulación S25.

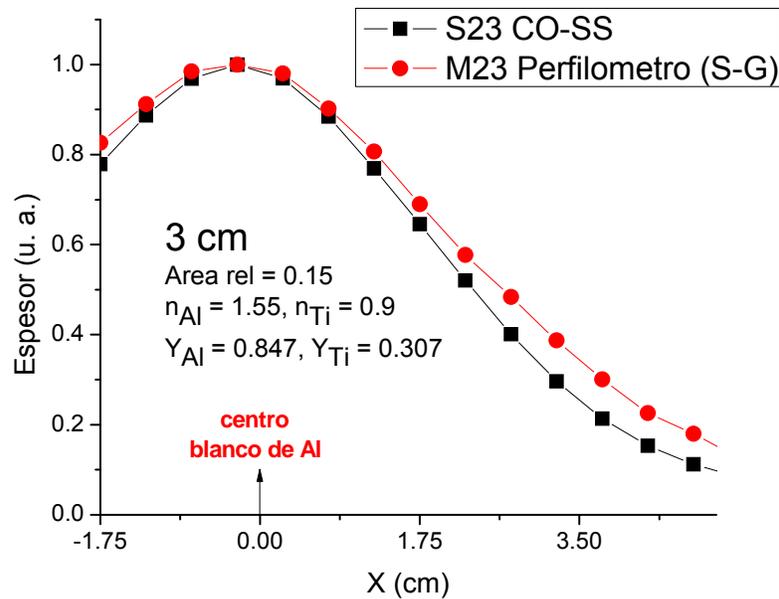


Figura 3.51. Comparación de la distribución de espesor entre experimento M23, y simulación S23.

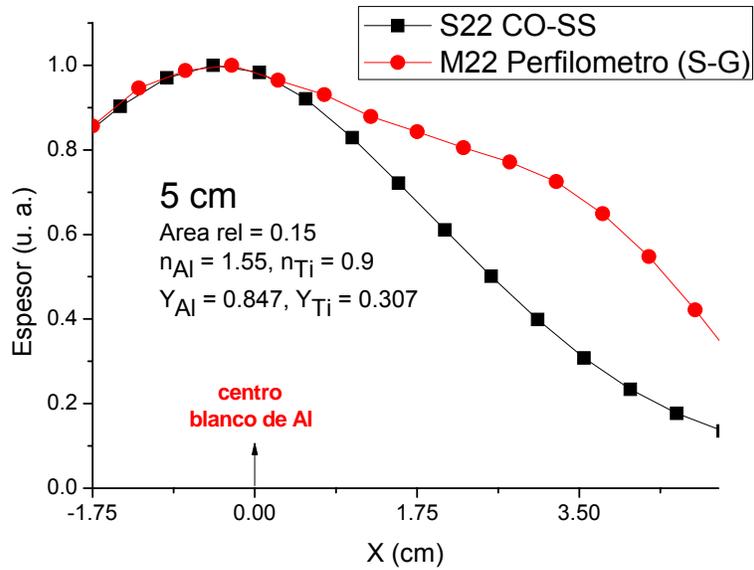


Figura 3.52. Comparación de la distribución de espesor entre experimento M22, y simulación S22.

Analizando las figuras 3.50, 3.51 y 3.52, podemos decir que el código CO-SS logró reproducir la distribución longitudinal de espesor usando el valor en el rendimiento de sputtering del Al, con un aumento del 30%, encontrado en el análisis de la distribución longitudinal de Al y Ti, y con los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$, encontrados de la distribución longitudinal de espesor, para los depósitos realizados de Al y de Al y Ti. La Tabla 3.VII, muestra los parámetros utilizados para las simulaciones que lograron reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti y de espesor, para el área relativa 0.15.

Tabla. 3. VII. Parámetros usados en las simulaciones para el área relativa 0.15.

Sim.	$R1$	$R2$	n_{Al}	n_{Ti}	Distancia Bla-subst (cm)	Área relativa	Y_{Ti}	Y_{Al}
S25	0.9	2.5	1.55	0.9	2	0.15	0.307	0.847
S23	0.9	2.5	1.55	0.9	3	0.15	0.307	0.847
S22	0.9	2.5	1.55	0.9	5	0.15	0.307	0.847

$R1$ y $R2$, delimitan en ancho del racetrack, n_{Al} y n_{Ti} , nos indican como se distribuyen angularmente las partículas expulsadas y, Y_{Ti} y Y_{Al} , son los rendimientos de sputtering.

Las gráficas 3.53, 3.54 y 3.55, muestran las simulaciones para el área relativa 0.30, para las diferentes distancias blanco-substrato. Estas simulaciones muestran el mayor incremento en el rendimiento de sputtering para el Al, cambiando de 0.647 a 1.047, lo que implica un aumento del 60%, manteniendo fijos los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$. Esta área relativa significa tres piezas de Ti sobre en el blanco, entonces la contribución de átomos de Al a la película es muy pequeña, en la zona del sustrato que se encuentra encima de las piezas, que con una pieza de Ti (ver figura 2.2, capítulo 2). Aunque el rendimiento de sputtering aumentó 60% y la distribución angular de los átomos de Al es más direccionada, esto no influyó para que el corrimiento del máximo de Al, hacia el centro de la grafica, se mostrara de la misma forma que con las simulaciones con área relativa 0.07, porque es insignificante. Además, en estos tres casos, la aportación de Ti a la película es mayor que en las otras áreas relativas, conservando la característica de que al incrementar la distancia blanco-substrato la distribución de los átomos de Ti es más extendida en el sustrato.

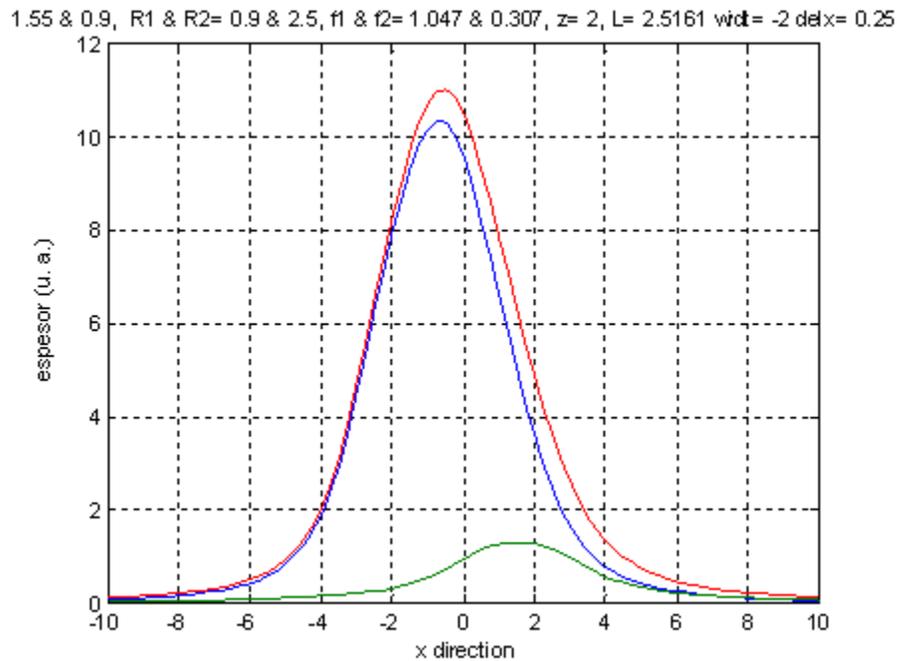


Figura 3.53. Simulación S31 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 2 cm.

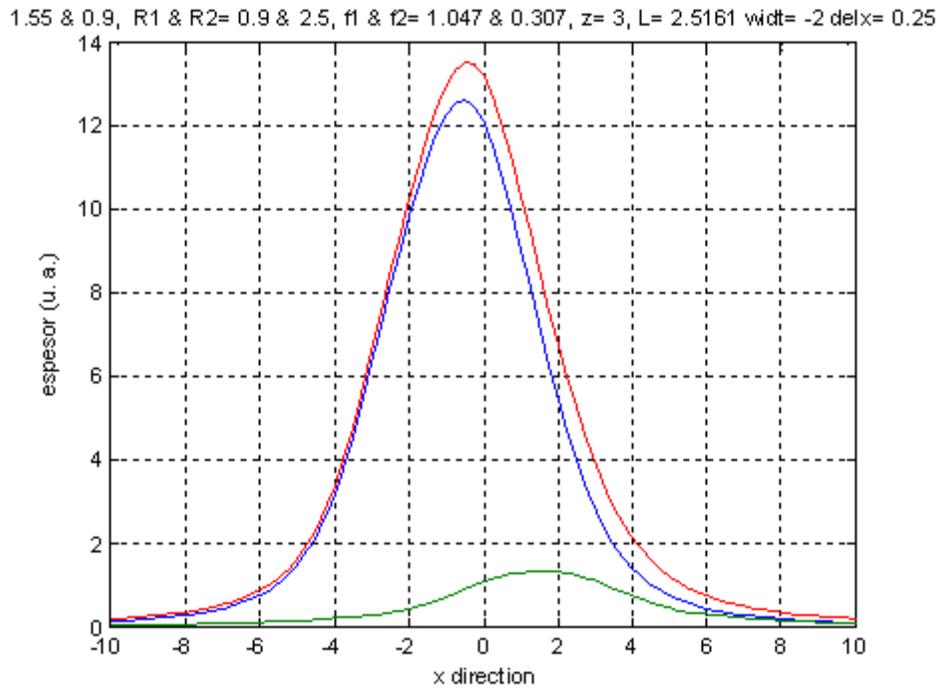


Figura 3.54. Simulación S30 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 3 cm.

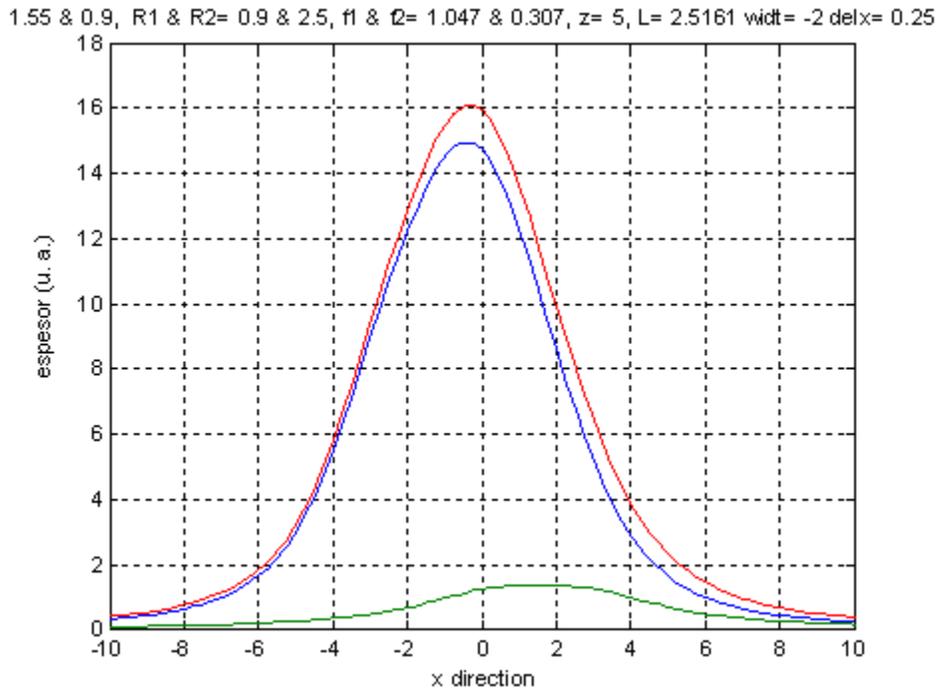


Figura 3.55. Simulación S27 realizada para un depósito por sputtering con magnetrón, a 5 cm.

Las figuras 3.56, 3.57 y 3.58, muestran la comparación entre los resultados RBS y los simulados con nuestro código, analizando la relación Al/Ti en función de la distribución longitudinal de los elementos para las muestras con área relativa 0.30. En estas gráficas el ajuste nos llevó a un aumento en el rendimiento de sputtering del 60%, incrementándose en la misma proporción que para el caso con área relativa de 0.15.

La figura 3.56, es el peor de los casos, desajustándose a lo largo del substrato pero conservando la misma diferencia entre puntos. La figura 3.57, es muy similar al caso anterior pero en menor medida, empeorando entre 1.75 y 5.25. La figura 3.58, muestra variaciones importantes, ya que no presenta un comportamiento regular.

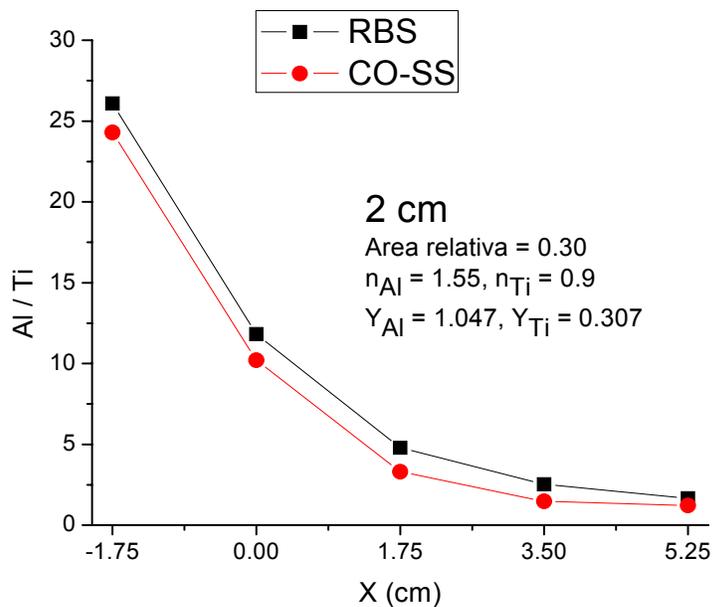


Figura 3.56. Comparación entre S31 y M31 para una distancia blanco-substrato igual a 2 cm.

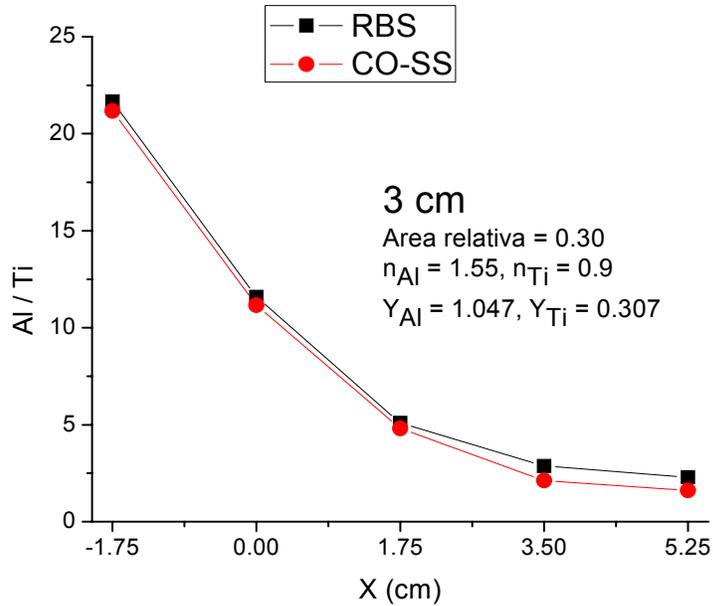


Figura 3.57. Comparación entre S30 y M30 para una distancia blanco-substrato igual a 3 cm.

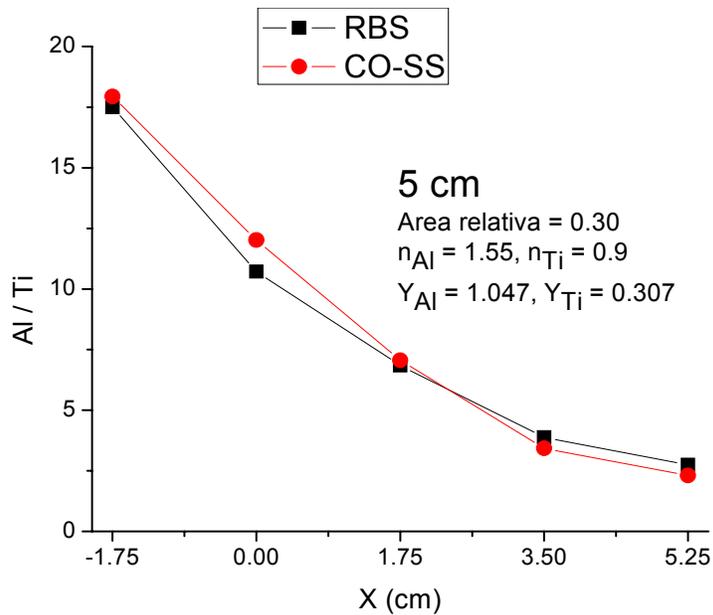


Figura 3.58. Comparación entre S27 y M27 para una distancia blanco-substrato igual a 5 cm.

Observando los ajustes en la relación Al/Ti, entre las simulaciones y los resultados RBS, de las figuras 3.56, 3.57 y 3.58, podemos decir que el código CO-SS ha logrado reproducir la distribución longitudinal de Al y Ti, usando el valor del rendimiento de sputtering del Al con un aumento del 60% y los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$. Ahora debemos observar si podemos reproducir la distribución longitudinal de espesor con estos valores.

Las figuras 3.59, 3.60 y 3.61, presenta las comparaciones, después del ajuste Savitzky-Golay, de las simulaciones realizadas con el código para las muestras con área relativa 0.30. La figura 3.59, muestra un ligero desajuste en la caída entre 1 y 4 cm. En las figuras 3.60 y 3.61, se observa un desajuste total, a lo largo del sustrato, mostrando una distribución de espesor completamente diferente, entre el suavizado y las simulaciones, simplemente el código no fue capaz de reproducir estos dos casos por ser depósitos irregulares.

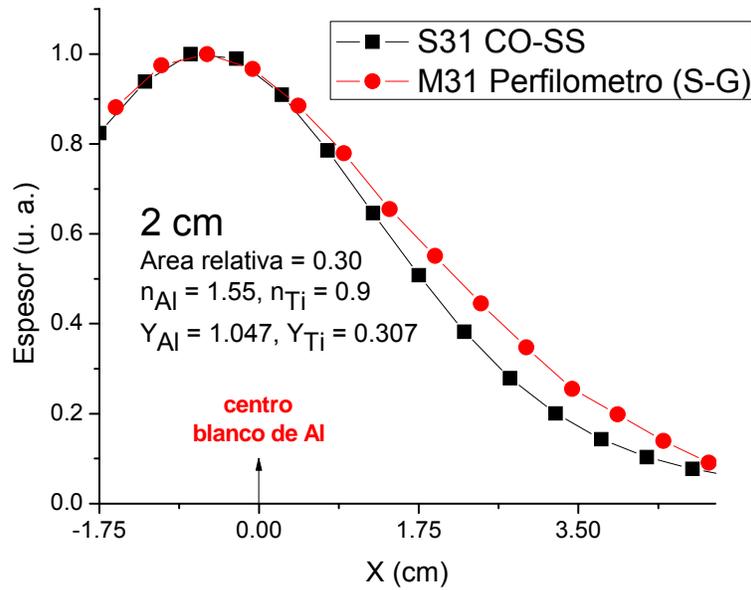


Figura 3.59. Comparación de la distribución de espesor entre experimento M31, y simulación S31.

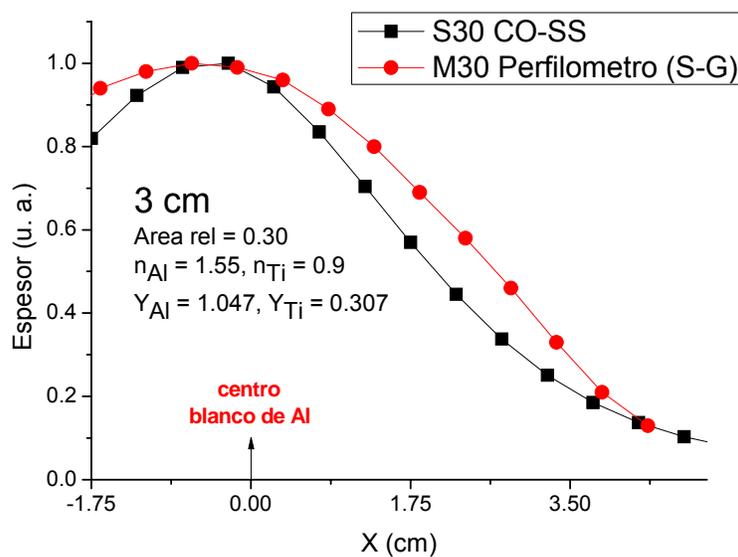


Figura 3.60. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M30 y simulación S30.

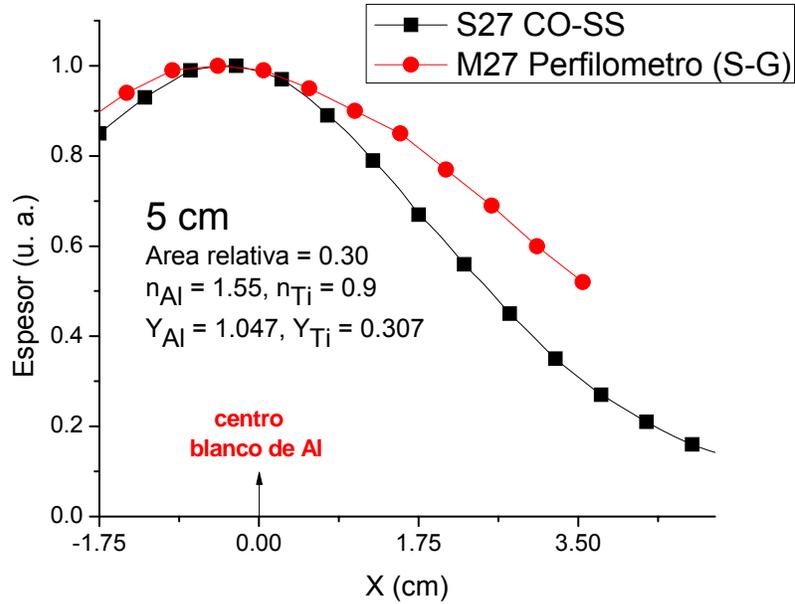


Figura 3.61. Comparación de la distribución de espesor entre experimento, M27 y simulación S27.

Analizando las figuras 3.59, 3.60 y 3.61, podemos decir que el código CO-SS solamente logró reproducir la distribución longitudinal de espesor para el caso donde la distancia blanco-substrato fue 2 cm, con 60% de aumento en el rendimiento de sputtering del Al y con los exponentes $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$. La Tabla 3.VIII, muestra los parámetros utilizados para las simulaciones que lograron reproducir la distribución longitudinal de espesor y de Al y Ti, para el área relativa 0.30.

Tabla. 3. VIII. Parámetros usados en las simulaciones para el área relativa 0.30.

Sim.	$R1$	$R2$	n_{Al}	n_{Ti}	Distancia Bla-subst (cm)	Área relativa	Y_{Ti}	Y_{Al}
S31	0.9	2.5	1.55	0.9	2	0.30	0.307	1.047
S30	0.9	2.5	1.55	0.9	3	0.30	0.307	1.047
S27	0.9	2.5	1.55	0.9	5	0.30	0.307	1.047

$R1$ y $R2$, delimitan el ancho del racetrack, n_{Al} y n_{Ti} , nos indican como se distribuyen angularmente las partículas expulsadas y, Y_{Ti} y Y_{Al} , son los rendimientos de sputtering.

Como ya se había mencionado, uno de los objetivos del presente trabajo era calcular el exponente “ n ” para ambos elementos, relacionado con la distribución angular $\cos^n \beta$ de los átomos expulsados de un blanco. Los resultados obtenidos de los ajustes con el código, de las distribuciones longitudinales de espesor y elementos, fueron, $n_{Al} = 1.55$ y $n_{Ti} = 0.9$.

Otro resultado obtenido de los ajustes fue encontrar incremento en el rendimiento de sputtering para el Al, cuando el área relativa aumentaba, para los casos 0.15 y 0.30. Estos valores se encontraron aumentando el rendimiento de sputtering para la simulación del depósito realizado a una distancia blanco-substrato igual a 2 cm, una vez encontrando ese valor después era usado para las demás distancias blanco-substrato. Los valores determinados para las áreas relativas 0.15 y 0.3, fueron 0.847 y 1.047, respectivamente

Ahora, a modo de herramienta se presenta una comparación entre las mediciones realizadas con el perfilómetro y el análisis RBS, con el cual también se pueden hacer aproximaciones al espesor de una película, esto nos permitirá corroborar mediciones realizadas con el perfilómetro, con respecto a la distribución longitudinal del espesor de una película depositada.

El código SIMNRA también hacer aproximaciones de la distribución de espesor. El espesor reportado del ajuste, con este código, de los espectros de energía de cada una de las muestras esta en monocapas, es decir, en átomos/cm², para cada elemento. El código nos informa del número de monocapas que compone la muestra y estas tienen un espesor que va a depender del elemento. Por ejemplo, una monocapa de Al tiene un espesor de 0.166 nm y una de Ti de 0.176 nm.

Por ejemplo, las figuras 3.62 - 3.66, muestran los análisis de las muestras M16, M25, M22, M31 y M11, comparando los resultados de sus suavizados, la aproximación realizada con SIMNRA, y los resultados de las simulaciones. En las gráficas, la línea negra con cuadros muestra los resultados RBS, la línea roja con círculos representa los suavizados y la línea

azul con triángulos muestra las simulaciones (la curva de los datos obtenidos para el espesor, fue realizada con OriginPro 8.0, Spline), En el eje x se observa la posición analizadas sobre el sustrato, en cm, y el eje y el “espesor”, en unidades arbitrarias, normalizado.

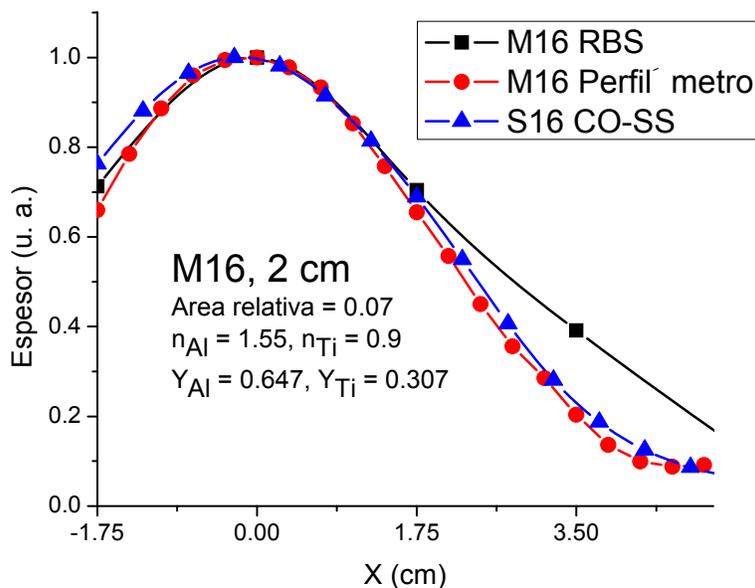


Figura 3.62. Comparación de la distribución de espesor de SIMNRA, para la muestra M16 y simulación S16.

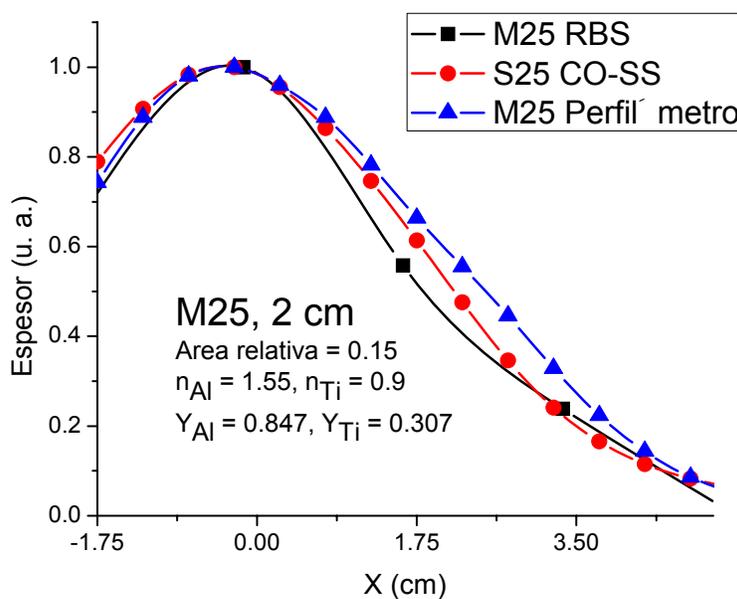


Figura 3.63. Comparación de la distribución de espesor de SIMNRA, para la muestra M25 y simulación S25.

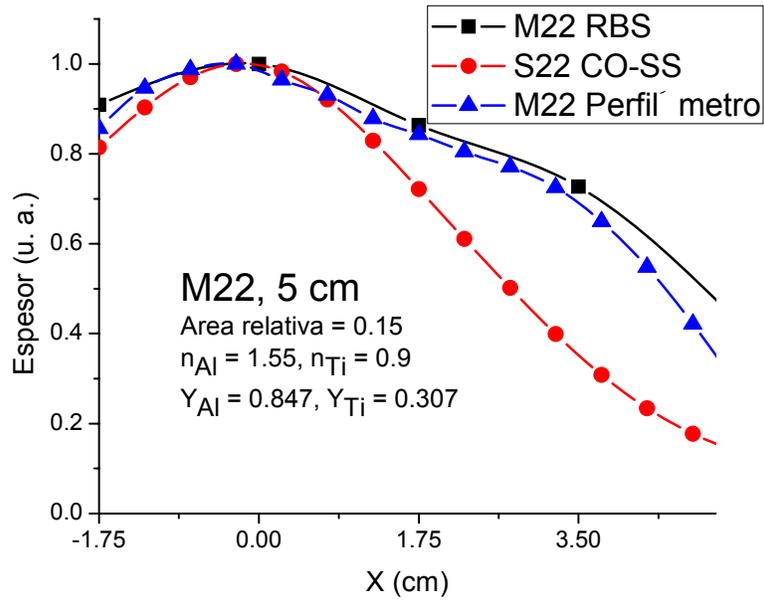


Figura 3.64. Comparación de la distribución de espesor de SIMNRA, para la muestra M22 y simulación S22.

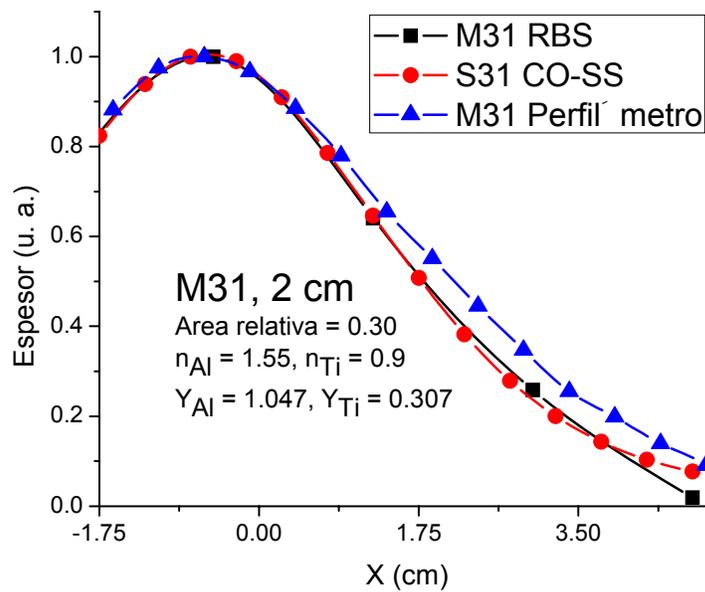


Figura 3.65. Comparación de la distribución de espesor de SIMNRA, para la muestra M31 y simulación S31.

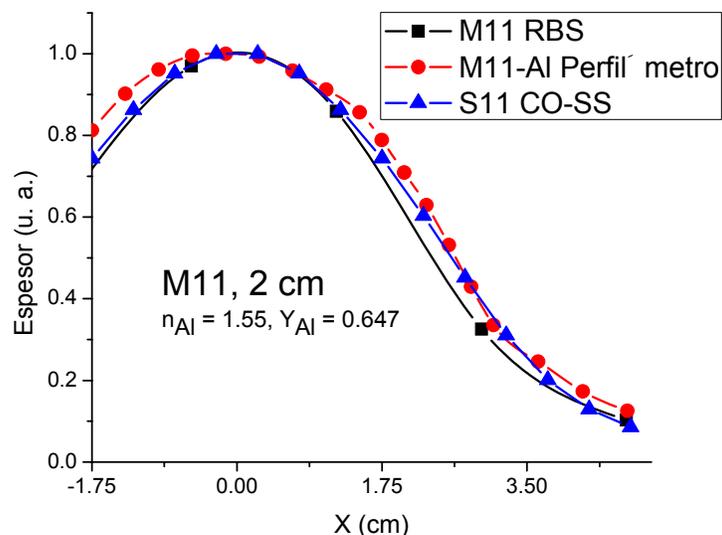


Figura 3.66. Comparación de la distribución de espesor de SIMNRA, para la muestra M11 y simulación S11.

Los casos mostrados realizados con SIMNRA resultaron de gran ayuda ya que logran reproducir la distribución de espesor de la película depositada, dando una aproximación del espesor. Caso a resaltar es el depósito M22, figura 3.64, debido a que no se obtiene un buen ajuste con nuestro código. Una posible explicación, ya que se trata de un depósito irregular, es que las piezas de Ti no se encontraban justo debajo del área del sustrato, esto permitió de alguna manera que, por su distribución angular intrínseca, los átomos de Al se depositaran entre 1.75 y 5 cm.

3.3 Incremento en el rendimiento de sputtering

Los datos obtenidos, de la relación Al/Ti, de las simulaciones indicaban que para lograr un buen ajuste era necesario considerar una fracción de Ti menor a la medida o bien que el rendimiento de sputtering para estos elementos era diferente al reportado en la literatura. La diferencia en el rendimiento significaba uno de dos casos, que aumentaba para el Al o disminuía para el Ti. Sin embargo, los resultados donde se compara la relación Al/Ti de la distribución longitudinal de los elementos en la película, entre las simulaciones y los resultados RBS, sección 3.2.2.2, y los resultados donde se compara la distribución longitudinal de espesor de la película, entre las simulaciones y las mediciones realizadas con el perfilómetro, sección 3.2.2.1, coincidieron con un aumento en el rendimiento de

sputtering para el Al. Esto tiene dos explicaciones, los iones de Ar tenían más energía o había más iones de Ar.

En la literatura, especializada en el tema, se encuentra el fenómeno conocido como: “sputtering yield amplification” [24, 25 y 26]. La amplificación o aumento en el rendimiento de sputtering, es un fenómeno relativamente nuevo y se presenta por el contacto entre dos materiales con una cierta diferencia en su número atómico y densidad, además de la relación del área entre estos. No es objetivo de esta tesis hacer un estudio de este fenómeno pero por el hecho de que nos ayuda a ajustar el código desarrollado, resulta imperativo hacer un análisis pequeño. Aunque no existe, en la actualidad, una respuesta concreta que explique el origen del fenómeno. Se presenta un breve resumen de las referencias encontradas en la literatura.

S. Berg e I. Katardjiev [24]. Señalan que el aumento en el rendimiento de sputtering depende de cierta impureza colocada en el blanco, la cual causa un mejoramiento en el rendimiento de sputtering del elemento que forma el blanco. Esta impureza puede ser introducida de diferentes maneras, por ejemplo, puede ser colocada como un trozo sobre el blanco, para realizar co-sputtering, o el blanco puede estar especialmente diseñado para que tenga la cantidad deseada de impureza. El aumento en el rendimiento es observado cuando el blanco, de masa moderadamente pequeña, es contaminado con otro elemento, de masa y densidad mayor.

Las simulaciones numéricas, usando el programa TRIM, muestran que para un blanco de C dopado con 30% de W (composite target), el aumento en el rendimiento de sputtering es de 500%, bombardeando con iones de Ar de energía de 500 eV. Además, también confirman el aumento en el rendimiento de sputtering para una aleación homogénea compuesta de 70% de Al y 30% de la impureza Z. El aumento en el rendimiento, generalmente, se incrementa con la masa, aunque también exhibe oscilaciones al aumentar la densidad atómica de la impureza.

La figura 3.67, muestra el rendimiento de sputtering parcial calculado para el Al en función del número atómico de la impureza. En la gráfica se puede observar que el rendimiento de sputtering parcial del Al generalmente aumenta con la masa de la impureza Z . Sin embargo, también presenta oscilaciones las cuales están fuertemente relacionadas con la densidad atómica de la impureza.

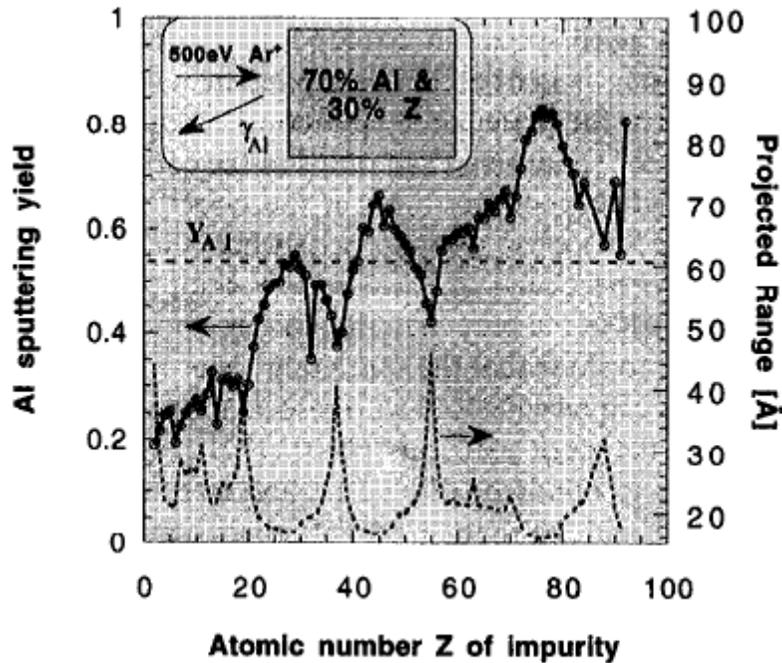


Figura 3.67. Rendimiento de sputtering parcial de Al para una aleación hipotética compuesta de 70% de Al y 30% de Z, usando iones de Ar de energía de 500 eV.

T. Kubart et al [23]: Los blancos consistieron en una mezcla homogénea de Al dopado con Nb, Mo, Ta y W. Las simulaciones Monte-Carlo, usando el programa TRIDYN, confirman un incremento en el rendimiento de sputtering de 30% para el Al, dopado con Ta y W, ambos elementos alcanzan este aumento con 3% de dopante. Los iones de Ar tenían una energía de 300 eV

La figura 3.68, muestra el rendimiento de sputtering normalizado del Al usando blancos dopados con diferentes elementos y concentraciones. La manifestación típica del aumento en el rendimiento de sputtering para el Al, es observada a niveles bajos de dopaje y disminuye para niveles altos, donde el dopante constituye parte sustancial del flujo expulsado. El mayor aumento en el rendimiento de sputtering es logrado dopando el blanco con los elementos de masa atómica y densidad más altas.

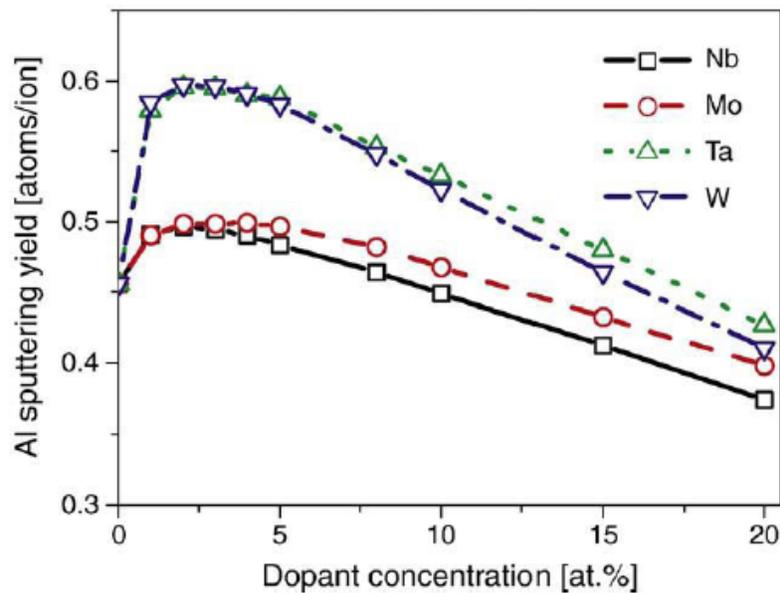


Figura 3.68. Rendimiento de sputtering parcial de Al, dopado con diferentes elemento.

En la conferencia de la European Materials Research Society 2011, realizada en Strasbourg, Francia. T. Kubart y otros autores presentaron el trabajo, Serial magnetron co-sputtering: sputtering yield amplification and process modelling. La figura 3.69, muestra una gráfica que formó parte de la presentación. En ese trabajo un blanco de C fue dopado con diferentes concentraciones de W, mostrando que con 12% de dopaje, en porcentaje atómico, el aumento en el rendimiento de sputtering fue, aproximadamente, de 750%, con iones de Ar con una energía de 230 eV.

Carbon doped with W (Simulated -chemical effects neglected)

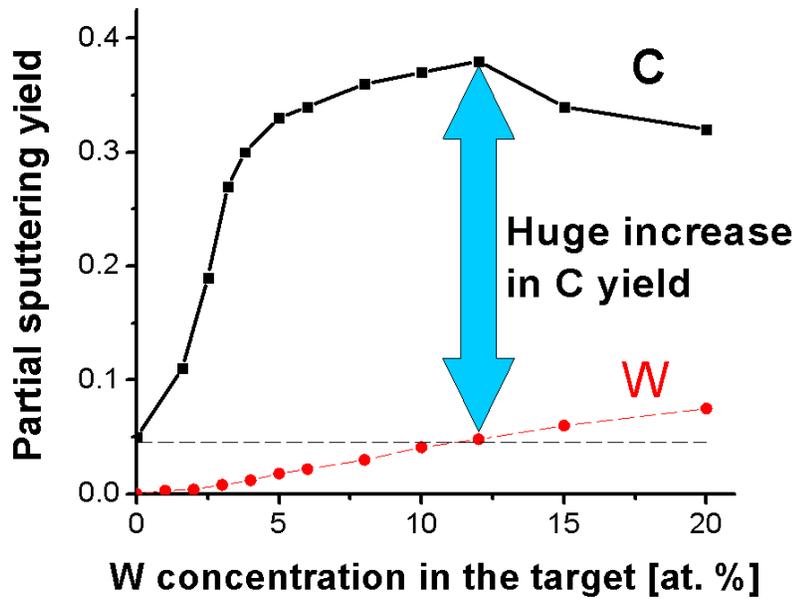


Figura 3.69. Aumento en el rendimiento de sputtering para C dopado con diferentes concentraciones de W.

Estos trabajos nos indican que el aumento en el rendimiento de sputtering es un fenómeno que existe y que esta siendo estudiado. Aunado a esto se realizan comparaciones entre programas de computo, usando simulaciones Monte-Carlo y numéricas, y experimentos, buscando predecir el fenómeno. Sin embargo, sigue sin haber explicación del origen del fenómeno.

El rendimiento de sputtering para Al reportado en la literatura, para las condiciones de depósito usadas en el presente trabajo es 0.647 (para una diferencia de potencial de 300 V). No obstante, el valor para el rendimiento del Al, afectado por la presencia de las piezas de Ti sobre el blanco de Al, se incrementó en 30% y 60%, para las áreas relativas de 0.15 y 0.30, respectivamente. Ahora, el código CO-SS sólo toma en cuenta las aportaciones de los elementos que componen el blanco al racetrack, por lo tanto, no puede considerar al blanco como aleación o mezcla homogénea, esto hace difícil su comparación directa con las referencias. Además, el código es analítico, lo cual presenta una gran diferencia con lo reportado, dando una solución diferente al problema del rendimiento de sputtering.

Empero, lo que se puede decir es que dos piezas de Ti representan un dopaje, en el blanco de Al, de 0.7%, este valor representó en nuestro experimento un aumento en el rendimiento de sputtering para el Al de 30%, y tres piezas de Ti representan un dopaje de 1%, este valor implicó un aumento del 60%.

El incremento en el rendimiento de sputtering para el Al se ve corroborado con el análisis hecho con el perfilómetro para un depósito realizado solamente de Al, bajo las mismas condiciones. La figura 3.70, muestra la comparación entre todos los depósitos realizados a una distancia blanco-substrato de 2 cm. En la gráfica podemos ver que no existe incremento cuando el área relativa es 0.07, sin embargo, para 0.15 y 0.30, el espesor de la película aumentó.

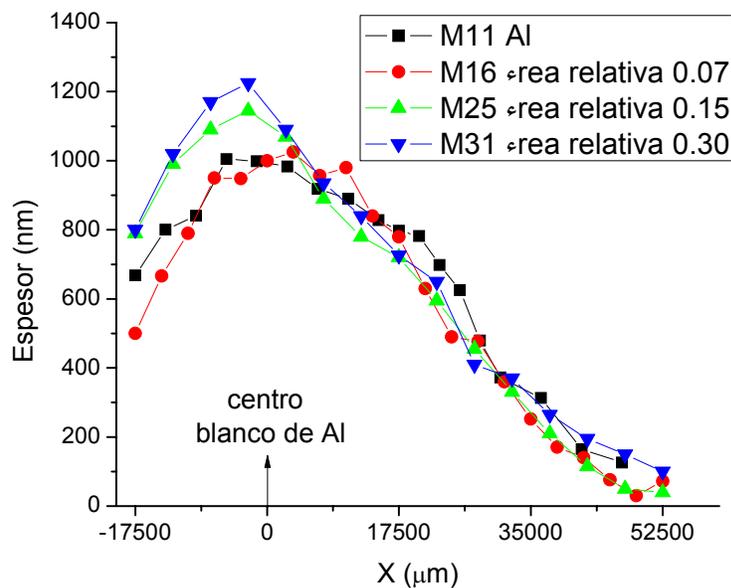


Figura. 3.70. Comparación de las mediciones realizadas con el perfilómetro de las muestras depositadas a 2 cm, todos realizados bajo las mismas condiciones.

En la figura 3.70, se puede observar que al aumentar la cantidad de Ti sobre el blanco de Al, la distribución de espesor en la película se ve modificada, aumentando el espesor de la película para las muestras M25, con área relativa de 0.15, y M31, con área relativa de 0.30, comparadas con las muestras M16, con área relativa de 0.07, y M11 Al, que es un depósito

sólo de Al. El corrimiento del máximo de las muestras M25 y M31, hacia el centro del racetrack del Al, ver figura 2.4, es debido a que hay mayor cantidad de átomos de Al que son expulsados, del blanco, y después depositados en la parte del sustrato que esta justo encima de esta zona del racetrack, y la disminución en la cantidad de Al, depositado en la zona del sustrato que se encuentra encima de las piezas de Ti, es normal porque al aumentar las piezas de Ti hay menos aportación de átomos de Al a la película. Fenómeno similar al observado en las simulaciones S16, S17 y S19, ver figuras 3.11, 3.12 y 3.13, sección 3.2.2.1, donde el máximo de la contribución del Al se recorría al centro, al aumentar la distancia blanco-sustrato, lo cual significaba que la distribución de los átomos de Al sobre el sustrato era más “homogénea o extendida”. Sin embargo, en los casos de la figura 3.70, la distancia blanco-sustrato fue 2 cm, lo que aumentó fue la aportación de átomos de Al a la película, sino hubiera aumentado en el rendimiento de sputtering para el Al, las muestras M25 y M31, serian similares, en espesor, a la M16.

La figura 3.71, muestra como es el incremento en el rendimiento de sputtering para el Al cuando el área relativa aumenta y la compara con el valor reportado en la literatura, [23, 27 y 28].

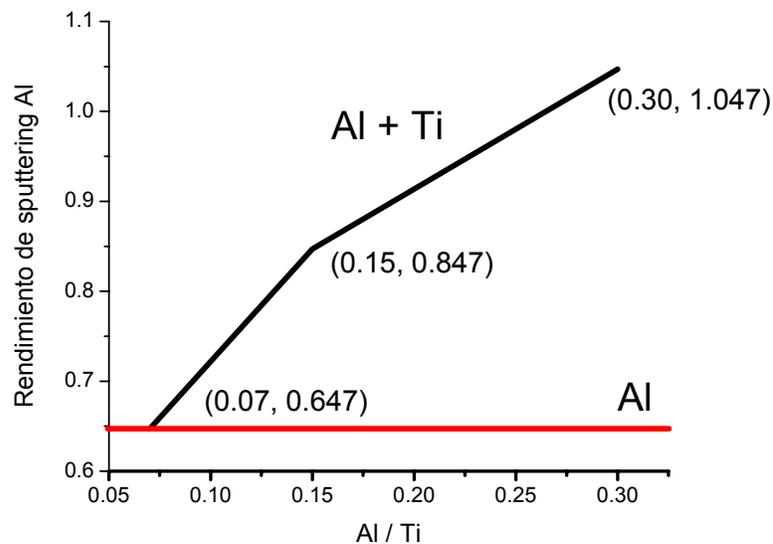


Figura. 3.71. Comparación del rendimiento de sputtering reportado en la literatura y el encontrado en este trabajo, al variar el área relativa en el blanco, (área relativa, rendimiento de sputtering).

Para ilustrar la diferencia en el aumento en el rendimiento de sputtering encontrado en este trabajo a través del código CO-SS, las figuras 3.72 y 3.73, nos indican como son las simulaciones con y sin aumento en el rendimiento de sputtering para las áreas relativas de 0.15 y 0.30. La línea roja con círculos, RS, representa la simulación con el rendimiento de sputtering reportado en la literatura y la línea negra con cuadros, ARS, la simulación con la amplificación en el rendimiento de sputtering, resultado del ajuste realizado con CO-SS.

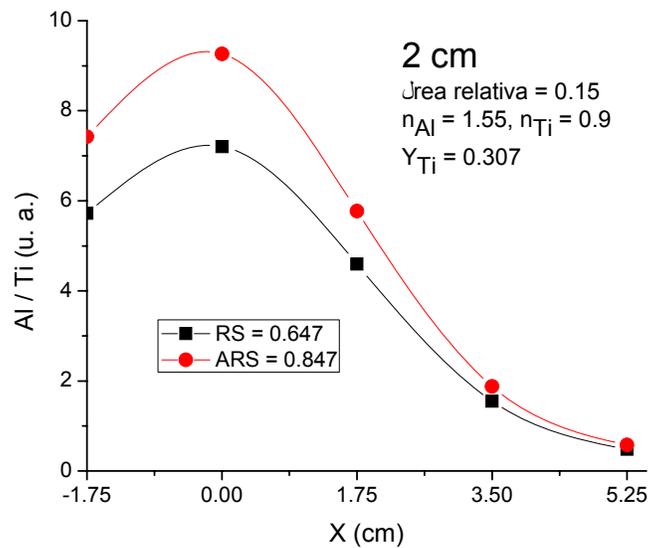


Figura. 3.72. Representación del cambio en el rendimiento de sputtering para un área relativa de 0.15.

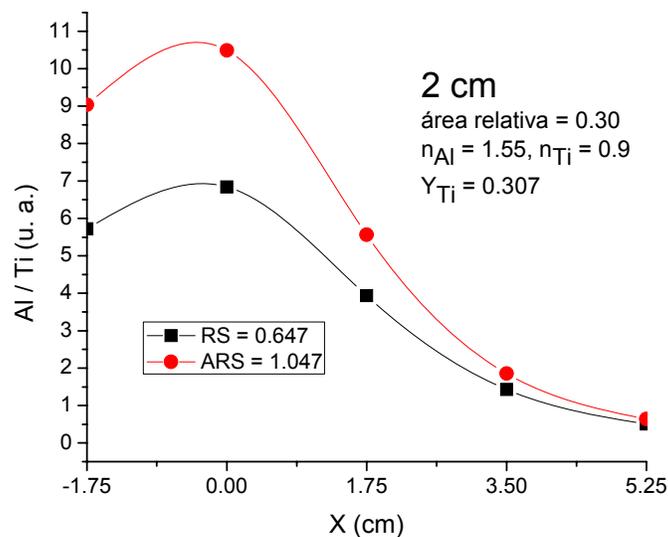


Figura 3.73. Representación del cambio en el rendimiento de sputtering para un área relativa de 0.30.

Las figuras 3.72 y 3.73, muestran que el aumento en el rendimiento es realmente significativo, lo cual representa mayor cantidad de átomos de Al depositados en la película. Además, el máximo de la relación Al/Ti para el área relativa 0.30 se encuentra ligeramente recorrido hacia la zona del centro del racetrack del Al, comparado con el máximo para el área relativa de 0.15, esto es debido solamente por el aumento en el rendimiento de sputtering. Este comportamiento es muy similar observado de las mediciones de espesor de las muestras M31, M25, depositadas a 2 cm, y comparadas en la figura 3.70.

Es importante mencionar que durante los depósitos se encontraron variaciones ligeras en la diferencia de potencial, entre 10 y 15 volts. Este hecho no puede justificar un aumento tan grande en el rendimiento de sputtering ya que sólo la aumentaría, en el caso más extremo, 3%. Además, un cambio tan brusco sería visible en la figura 1.5b, capítulo 1, donde se ve la dependencia del rendimiento de sputtering del Al con la energía de los iones de Ar, incidiendo a 70°.

Nuestra interpretación a tal fenómeno va enfocada a la emisión de electrones secundarios, que es diferente para los elementos depositados en este trabajo, siendo para el Al de 0.091, y para el Ti de 0.114 [13, 29], la cual puede verse modificada por el contacto. Sí existe una emisión mayor de electrones secundarios habrá un número mayor de átomos de Ar ionizados, esto implicaría mayor erosión del blanco y, por lo tanto, mayor contribución de Al a la película. Sin embargo, una conclusión tal se encuentra fuera del alcance de este trabajo, un análisis acerca de las condiciones de trabajo, con diferentes elementos y áreas relativas, podría ayudar a despejar las dudas acerca del incremento en el rendimiento de sputtering del Al, por la presencia de otro elemento, Ti en este caso.

Capítulo 4

Discusión y Conclusiones

El objetivo principal del presente trabajo fue desarrollar un código para simular la distribución longitudinal de elementos y espesor de depósitos realizados por la técnica sputtering con magnetrón de corriente directa. Se realizaron depósitos con un blanco de Aluminio y otro compuesto de Aluminio y Titanio, haciendo variaciones en la relación Al/Ti y en la distancia blanco-substrato. La forma de ver si el código funcionaba era comparar los resultados de las simulaciones con las películas depositadas. Por lo tanto, fue necesario medir su espesor, con un perfilómetro, y determinar la distribución de los elementos, realizando un análisis con haces de iones.

La simulación del depósito de un sólo elemento fue fundamental ya que nos ayudó a determinar la distribución angular de los átomos expulsado del blanco de Al. Encontrando el valor del exponente “ n ”, el cual fue, $\cos^{1.55} \beta$, debido al excelente ajuste de la distribución de espesor entre la simulación y la medición realizada con el perfilómetro. Esto demostró que CO-SS, también, sirve para depósitos por sputtering con magnetrón de un sólo elemento.

Analizando el caso donde se comparó la distribución longitudinal del espesor de las películas con los datos obtenidos del perfilómetro, las simulaciones nos dan una distribución de espesor muy similar a la mayoría de los depósitos. La diferencia sustancial radicaría en las mediciones obtenidas con el perfilómetro, a pesar de que son reproducibles, a veces es muy difícil obtener una buena medición del escalón. Sin embargo, hubo depósitos que el código no pudo reproducir de buena manera, sobre todo cuando la relación Al/Ti fue 0.30, en los casos de las muestras M30 y M27. Aunado a esto, todas las simulaciones presentan un ligero desajuste en la caída, en el intervalo de 1.75 a 4 cm.

La técnica analítica de origen nuclear, Rutherford Backscattering Spectrometry, usando un haz de partículas α , es una excelente herramienta en el análisis de materiales, tanto para determinar la composición de películas como para dar una aproximación del espesor de las mismas. El ajuste realizado donde se compara la relación Al/Ti, de las simulaciones con los resultados de la técnica RBS, nos permitió calcular el número “ n ” para el Ti y corroborar un aumento en el rendimiento de sputtering para el Al, debido a la adicción de piezas de Ti. En las gráficas de las comparaciones para las muestras con área relativa 0.07, los ajustes fueron muy similares a los resultados RBS pero al aumentar el área relativa nuestras aproximaciones comenzaron a fallar ligeramente, principalmente en los casos de depósitos realizados a 2 cm, para las muestras M22 y M31, además del caso de la muestra M27, donde el código simplemente no funcionó.

El valor del exponente “ n ”, es muy importante, debido a que nos dice como es la distribución angular de los átomos expulsados, con la relación $\cos^n \beta$. Los valores obtenidos del ajuste de las muestras que tenían área relativa de 0.07, nos dieron información acerca de la distribución angular de los átomos expulsados, encontrando para el Al una distribución tipo $\cos^{1.55} \beta$ y para el Ti tipo $\cos^{0.9} \beta$. Es decir, el flujo de átomos expulsados del blanco de Al es más direccionado que para los átomos del Ti. Cabe mencionar que este dato es meramente experimental y no se encuentran referencias en la literatura de la distribución angular para estos elementos. Ahora, la única referencia acerca del estudio del exponente “ n ”, se encuentra en el libro Reactive Sputter Deposition de D. Depla y S. Mahieu, en el capítulo 1, página 21. En ese capítulo se presenta un trabajo en el cual usando un código llamado ACAT y simulaciones Monte-Carlo, logran predecir “ n ”, con iones de Ar; incidiendo normalmente sobre un blanco de Fe. La predicción, que además concuerda bien con sus datos experimentales, indica que con iones de 500 eV de energía, el valor es de 0.88, y si se aumenta la energía de los iones también aumenta “ n ”. Realizar una comparación con el resultado encontrado en ese trabajo es difícil, tanto para el Al y como para el Ti, ya que no es el mismo blanco, no es la misma energía de los iones de Ar, la incidencia de los iones fue normal al blanco de Fe, etc. Sin embargo, el valor del exponente es muy similar al encontrado para el Ti, que fue de 0.9.

Otro resultado encontrado fue el incremento en el rendimiento de sputtering, de reciente estudio en la comunidad especializada en el tema. El incremento es debido a la presencia del Ti en el blanco, cambiando de manera radical con el área relativa. Este fenómeno no tiene explicación y requiere de un estudio profundo ya que sería un método para mejorar la tasa de depósito pero con la complicación de que no se tendrá un depósito puro.

Existieron variaciones en el voltaje al momento de hacer los depósitos con Al y Ti, esto indica que algo está cambiando, los aparatos están dando información que interpretamos como un aumento en la emisión de electrones secundarios, por la incidencia de iones de Ar, de aquí nuestra explicación al aumento en el rendimiento de sputtering. Sin embargo, es necesario estudiar los mecanismos de producción de este tipo de electrones. Si hay emisión de electrones secundarios se podría corroborar mediante una prueba de interferometría de dos colores, dado que el plasma producido no está totalmente ionizado. Ahora, buscando también entender que los produce, es necesario ver si hay ionización átomos de Al y Ti que estén haciendo re-sputtering, esto se podría observar mediante espectroscopía óptica de emisión.

Como trabajo a futuro se debe aplicar el código a experimentos, de sputtering con magnetron, realizando variaciones geométricas en la composición del blanco, hecho con dos materiales diferentes, y, también, a otras formas de racetrack. Esto ratificaría la posible utilización del código de manera más general, ya que donde hay racetrack el código es aplicable.

Relacionado con la distribución angular de los átomos expulsados del blanco, se puede hacer un análisis “x, y”. El análisis mostrado en las simulaciones del capítulo 3, sección 3.3, nos indican la forma de calcular la distribución angular de los átomos expulsados de cualquier blanco usando este código, sin embargo, también se puede hacer un análisis 3D, si se barre toda el área del sustrato. Las figuras 3.11, 3.12 y 3.13, son las simulaciones en las que sólo había una pieza de Ti sobre el blanco de Al, en estas gráficas se observa que cuando aumentaba la distancia blanco-sustrato, se presentaba un movimiento del máximo de la contribución de átomos de Al a la película, hacia $x = 0$. La explicación fue que al

incrementar la distancia blanco-substrato la distribución de átomos sobre el substrato comenzaba a ser “homogénea o extendida”. Lo que se infiere de estas simulaciones es que si se barre el área de la película que se encuentra encima del racetrack de la pieza de Ti, con un haz de iones, se sabrá como se distribuyen los átomos de Ti y Al, en una posición “ x , y ” (la coordenada “ z ” sería el espesor o contribución de los elementos a la película), y con la ayuda de CO-SS se podrá saber como es la distribución angular de los átomos expulsados del blanco, estimando valores para el exponente “ n ”. El código puede hacer este tipo de análisis para un substrato de 10 x 10 cm, utilizando todas las variables mencionadas en el capítulo 2 (<http://demonstrations.wolfram.com/CoSputteringSimulationCOSS/>).

Con CO-SS también se pueden hacer diferentes tipos de estudios. Por ejemplo, se puede analizar la dependencia del rendimiento de sputtering y de la distribución angular de los átomos expulsados de un blanco, con respecto al ángulo de incidencia de los iones de Ar. Es decir, con CO-SS se fija el ángulo de incidencia y se observa si varía la distribución angular de los átomos expulsados y el rendimiento de sputtering.

No existe en la actualidad un código analítico que pueda realizar este tipo de simulaciones para la técnica de sputtering con magnetrón, los que existen usan simulaciones Monte-Carlo y numéricas, el único caso que requiere mención es el código SIMTRA (Simulation of Metal Transport), desarrollado por Koen Van Aeken en la universidad de Ghent en Bélgica, el cual usa simulaciones Monte-Carlo para simular el depósito de un sólo elemento, el código es completo pero nada amigable. Utiliza parámetros como geometría del magnetrón, de la cámara, obturador, tamaño de substrato y una distribución angular a escoger, así como forma del racetrack, además, de que calcula la interacción de los átomos expulsados con un gas a densidad baja, sin embargo, su meta es sólo simular el transporte de los átomos expulsados del blanco, entonces nada más nos dice como se distribuyen los átomos en todas las superficies que se puedan cruzar en su camino y no da aproximaciones de espesor.

Este trabajo presentó una solución diferente para la simulación del proceso de sputtering utilizando variables geométricas, experimentales, literarias e indeterminadas, esto otorga al

usuario un abanico de posibilidades para crear simulaciones de depósitos de, prácticamente, cualquier elemento y que, además, pueda determinar la distribución angular de los átomos expulsados del blanco y determinar valores acerca del rendimiento de sputtering.

Como dato adicional, buscando hacer CO-SS más completo, se esta desarrollado un algoritmo de búsqueda de mínimo error, el cual automáticamente ajustara los datos experimentales, RBS y perfilómetro, con las simulaciones. Como primera aproximación, para las muestras con área relativa 0.07, el algoritmo nos da los siguientes datos para “ n ”, $n_{Al} = 1.53$ y $n_{Ti} = 0.9$, resultados muy similares a los encontrados, aunque falta un análisis global observando las nueve muestras. Este algoritmo funciona tomando la suma de los cuadrados de las diferencias, entre las simulaciones y experimentos, buscando el mínimo, para cada punto. Este algoritmo será de gran utilidad porque nos informará inmediatamente como es la distribución angular de las partículas expulsadas de un blanco, tramite que se hizo a prueba y error en este trabajo.

La conclusión final es que el código CO-SS, resultó ser una herramienta muy útil ya que puede ser usado para el pronóstico de depósitos realizados por sputtering con magnetron de corriente directa. Además, es útil para determinar valores del exponente “ n ”, relacionado con la distribución angular de los átomos expulsados de un blanco, $\cos^n \beta$. Cabe decir que el código es gratuito, de fácil manejo y puede ser descargado (el COPYRIGHT es de los autores).

Anexo A

Las figuras A.1-A.5 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M16. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.1 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M16.

Tabla A.1. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M16

Espectro	% Al	% Ti
101	80.0	1.35
102	84.0	3.0
103	80.0	8.3
104	66.0	11.0
105	25.0	6.5

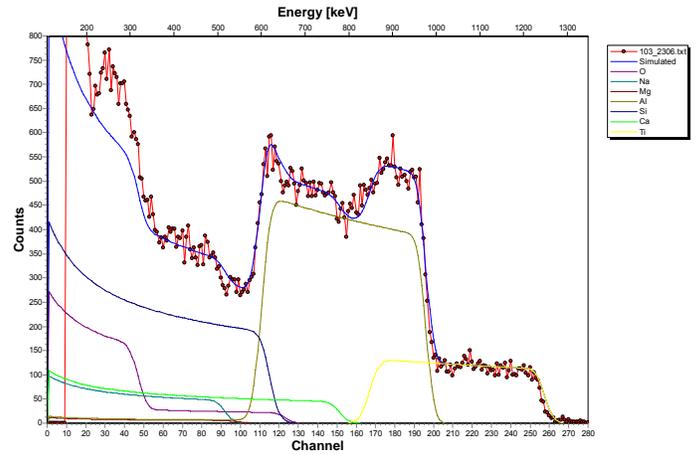


Figura A.3. Espectro 103, Al 80.0 % y Ti 8.3 %

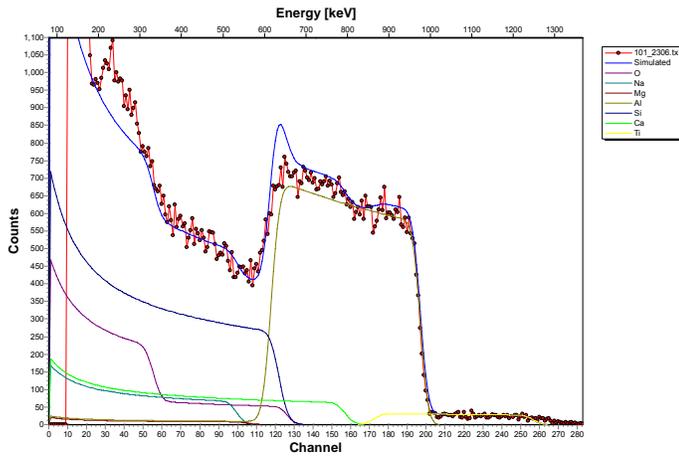


Figura A.1. Espectro 101, Al 80.0 % y Ti 1.35 %

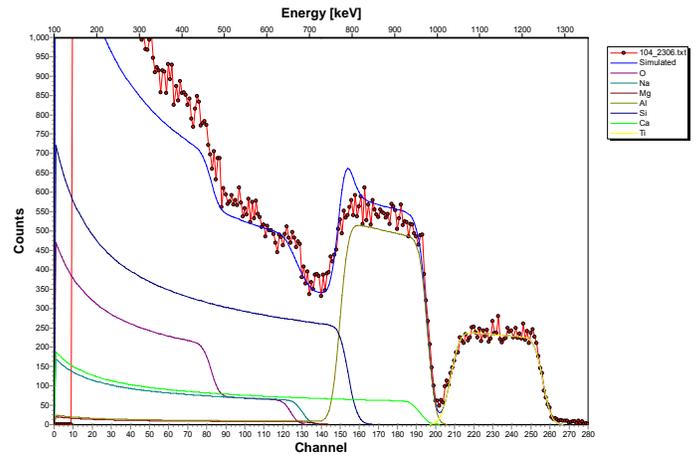


Figura A.4. Espectro 104, Al 66.0 % y Ti 11.0 %

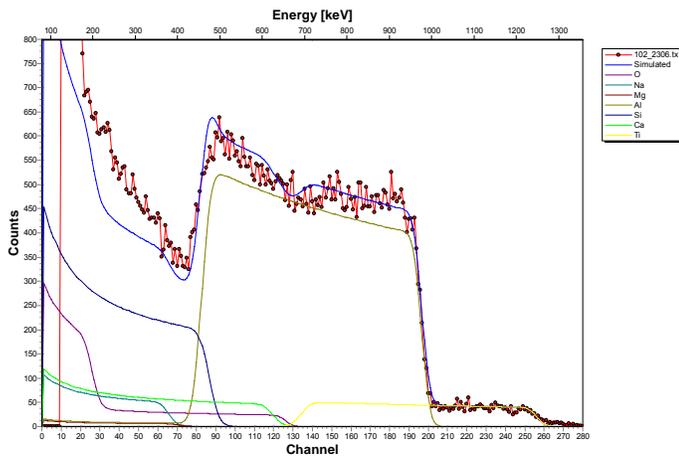


Figura A.2. Espectro 102, Al 84.0 % y Ti 3.0 %

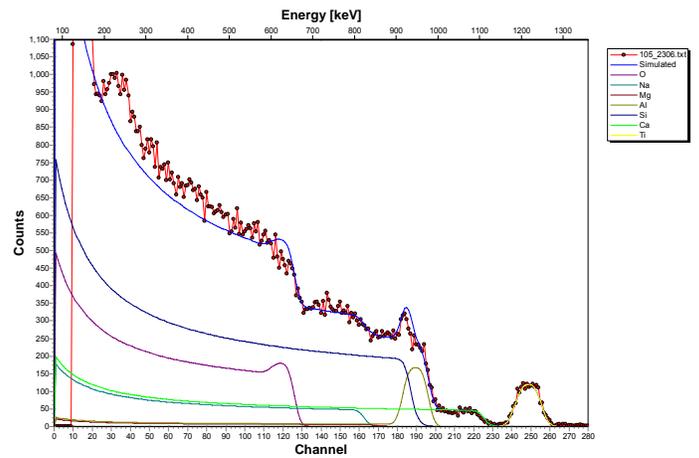


Figura A.5. Espectro 105, Al 25.0 % y Ti 6.5 %

Las figuras A.6-A.10 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M17. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.2 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M17.

Tabla A.2. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M17

Espectro	% Al	% Ti
96	68.0	1.4
97	70.0	3.0
98	80.0	6.2
99	60.0	8.0
100	28.0	5.5

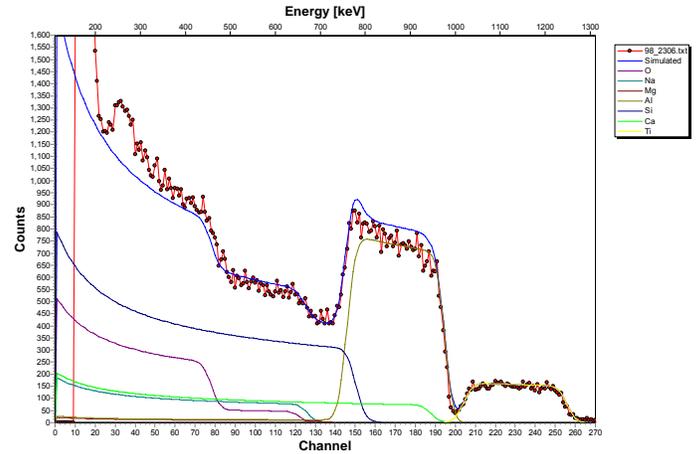


Figura A.8. Espectro 98, Al 80.0 % y Ti 6.2 %

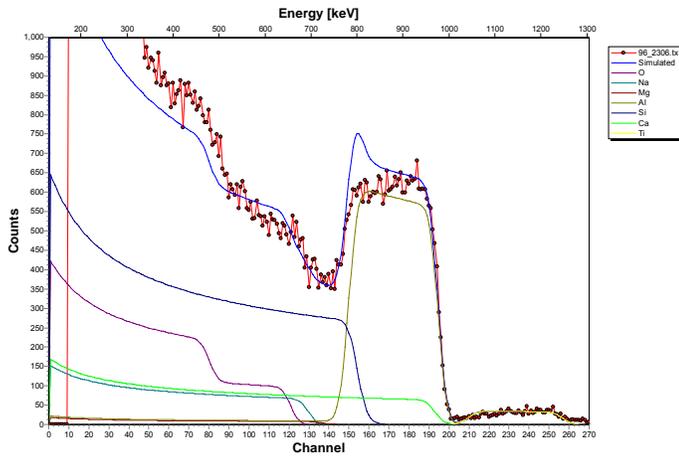


Figura A.6. Espectro 96, Al 68.0 % y Ti 1.4 %

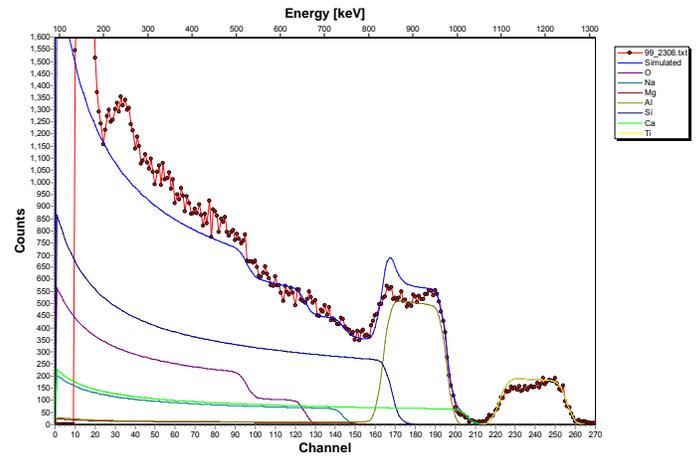


Figura A.9. Espectro 99, Al 60.0 % y Ti 8.0 %

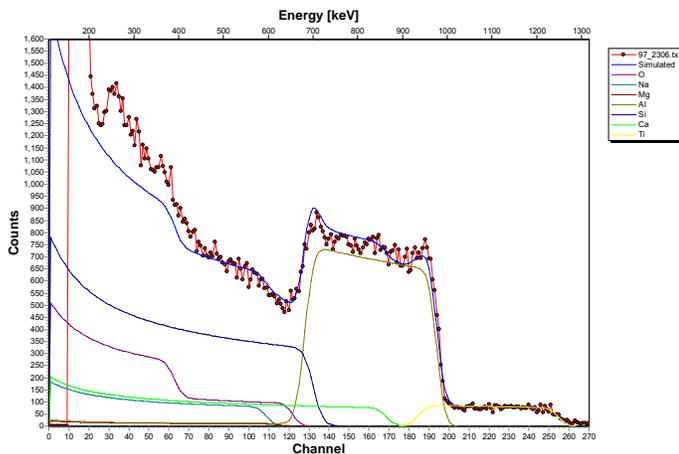


Figura A.7. Espectro 97, Al 70.0 % y Ti 3.0 %

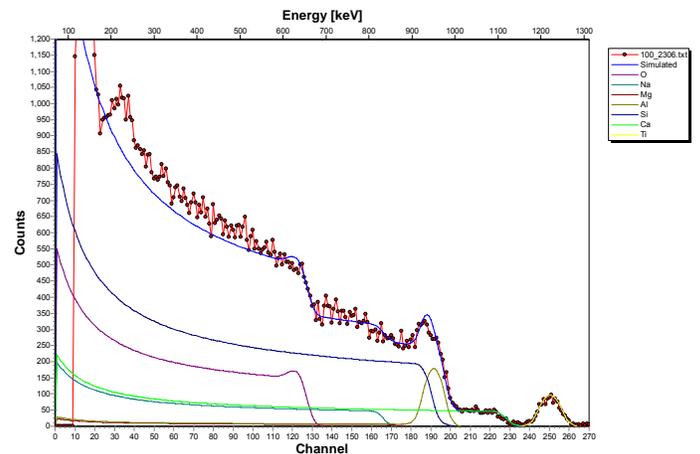


Figura A.10. Espectro 100, Al 28.0 % y Ti 5.5 %

Las figuras A.11-A.15 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M19. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.3 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M19.

Tabla A.3. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M19

Espectro	% Al	% Ti
106	58.0	1.8
107	62.0	2.5
108	72.0	3.5
109	55.0	4.2
110	30.0	3.2

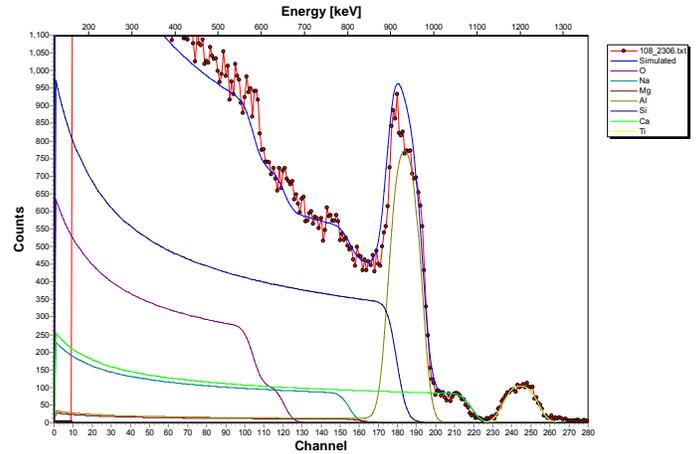


Figura A.13. Espectro 108, Al 72.0 % y Ti 3.5 %

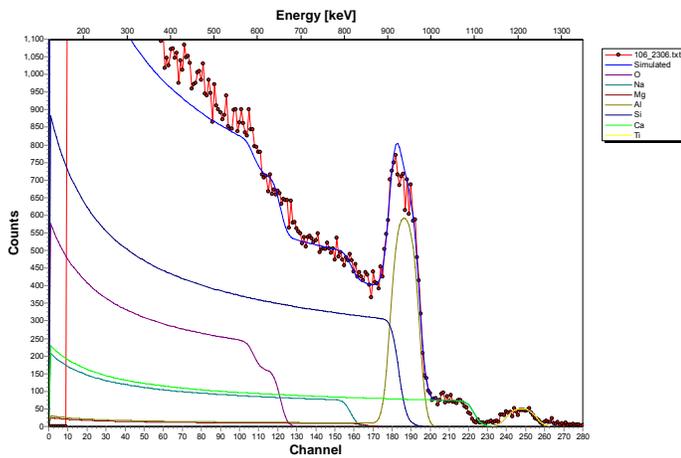


Figura A.11. Espectro 106, Al 58.0 % y Ti 1.8 %

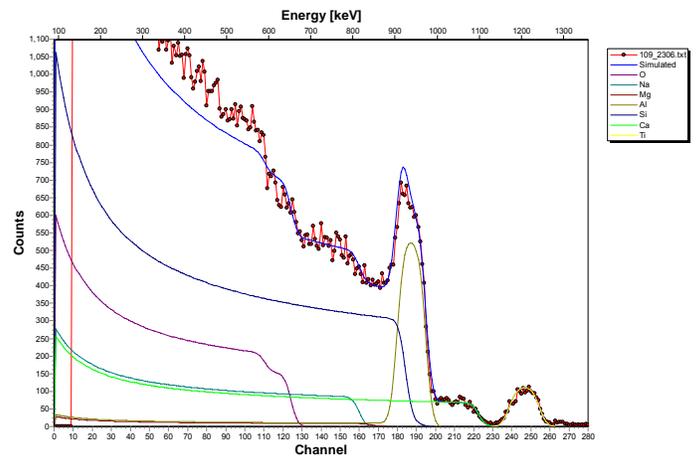


Figura A.14. Espectro 109, Al 55.0 % y Ti 4.2 %

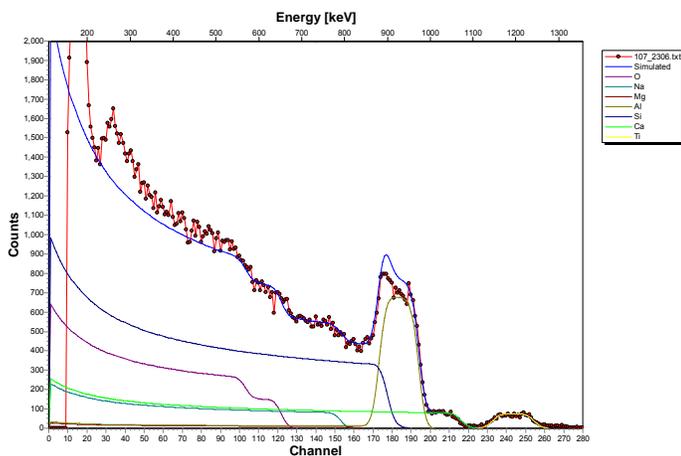


Figura A.12. Espectro 107, Al 62.0 % y Ti 2.5 %

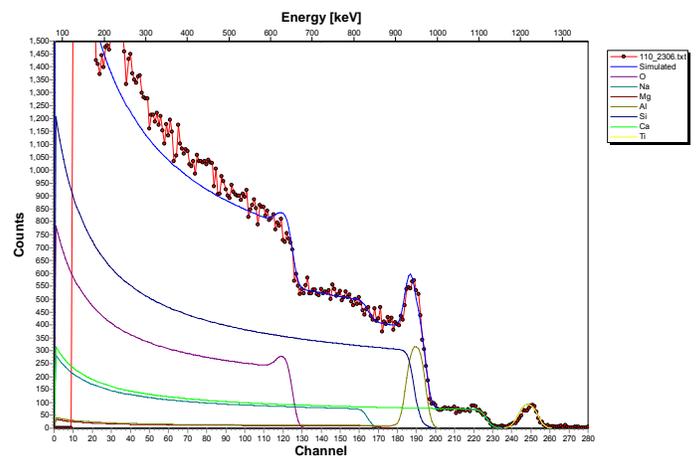


Figura A.15. Espectro 110, Al 30.0 % y Ti 3.2 %

Las figuras A.16-A.20 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M25. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.4 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M25.

Tabla A.4. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M25

Espectro	% Al	% Ti
111	75.0	1.8
112	73.0	3.8
113	77.0	9.5
114	52.0	12.0
115	60.0	26.0

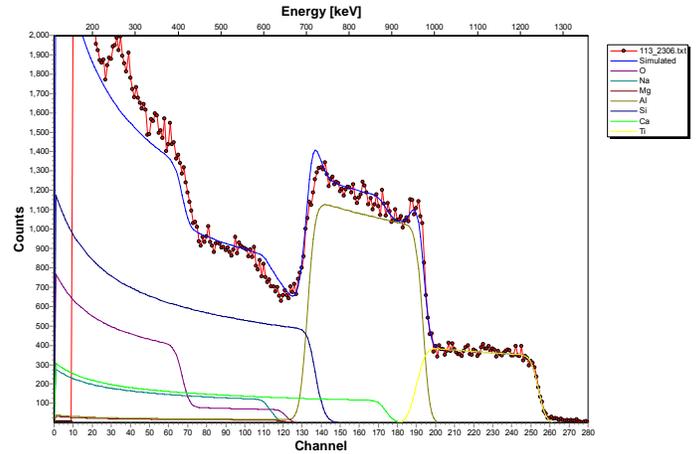


Figura A.18. Espectro 113, Al 77.0 % y Ti 9.5 %

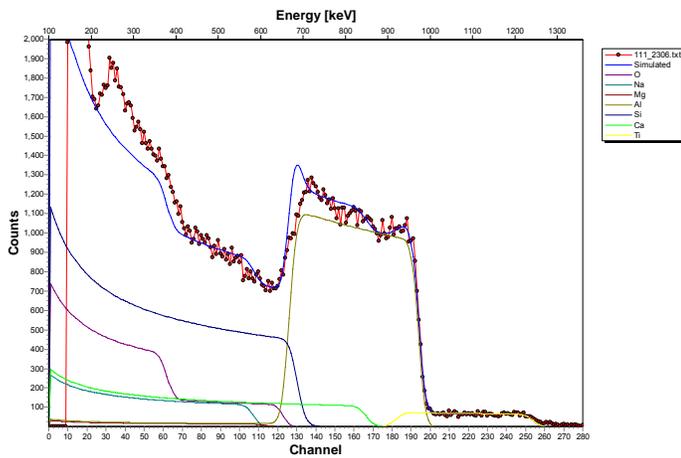


Figura A.16. Espectro 111, Al 75.0 % y Ti 1.8 %

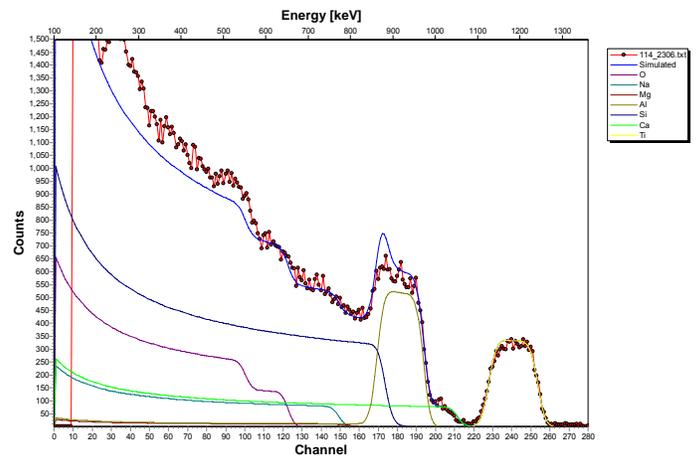


Figura A.19. Espectro 114, Al 52.0 % y Ti 12.0 %

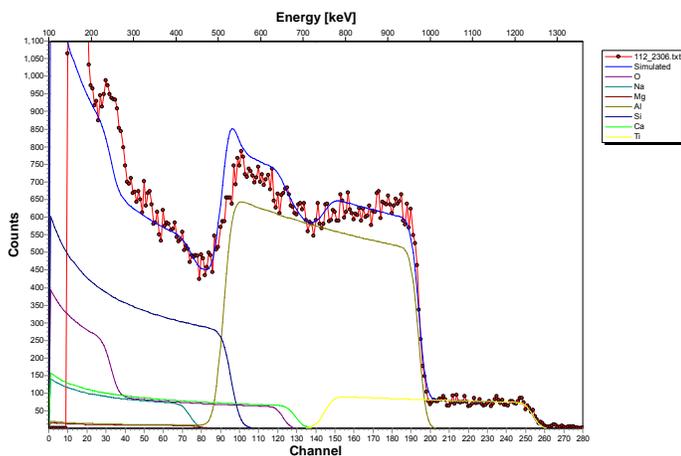


Figura A.17. Espectro 112, Al 73.0 % y Ti 3.8 %

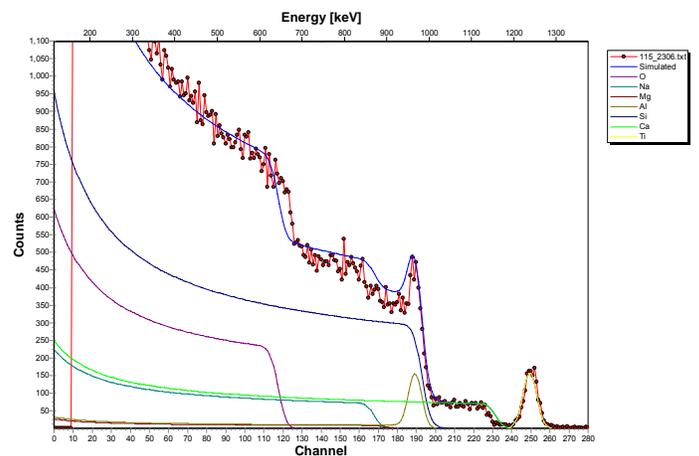


Figura A.20. Espectro 115, Al 60.0 % y Ti 26.0 %

Las figuras A.21-A.25 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M23. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.5 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M23.

Tabla A.5. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M23

Espectro	% Al	% Ti
116	72.0	2.3
117	77.0	4.7
118	75.0	8.3
119	48.0	8.8
120	45.0	10.0

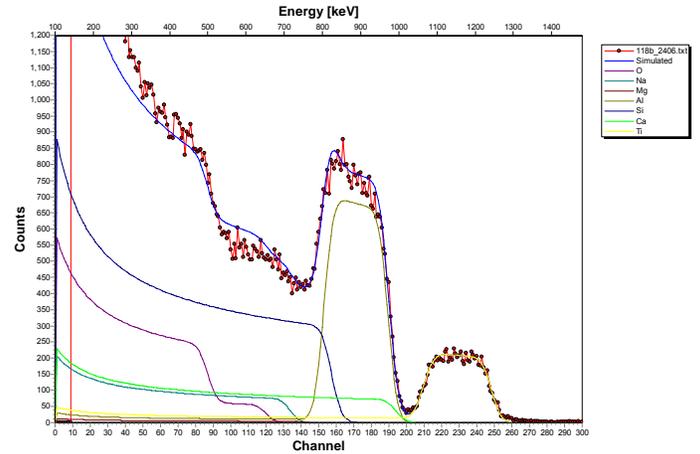


Figura A.23. Espectro 118, Al 75.0 % y Ti 8.3 %

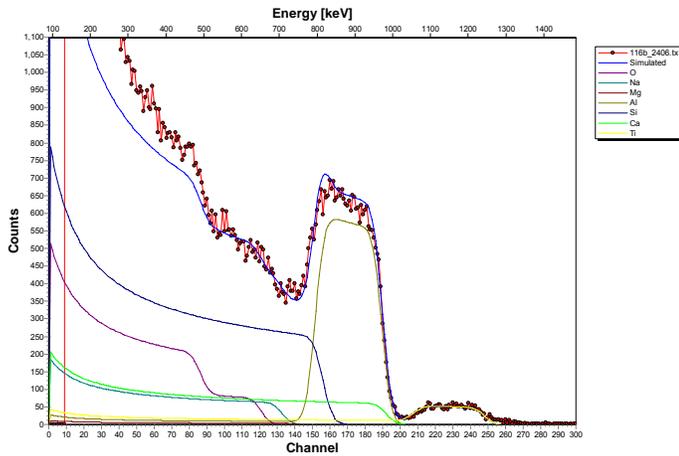


Figura A.21. Espectro 116, Al 72.0 % y Ti 2.3 %

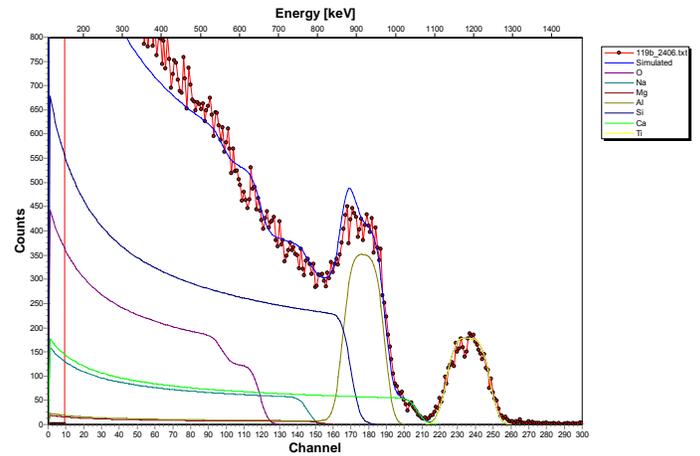


Figura A.24. Espectro 119, Al 48.0 % y Ti 8.8 %

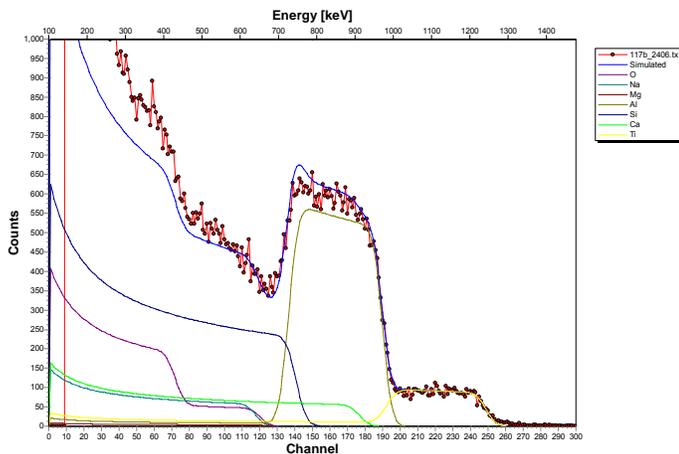


Figura A.22. Espectro 117, Al 77.0 % y Ti 4.7 %

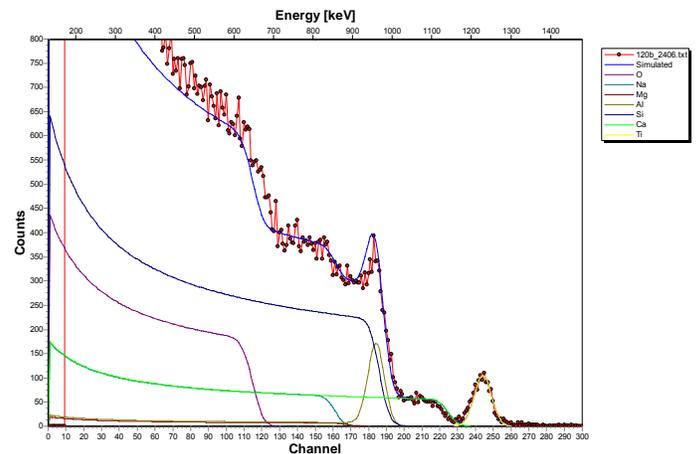


Figura A.25. Espectro 120, Al 45.0 % y Ti 10.0 %

Las figuras A.26-A.30 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M22. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.6 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M22.

Tabla A.6. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M22

Espectro	% Al	% Ti
125	62.0	2.7
124	70.0	4.5
123	73.0	7.4
122	60.0	7.5
121	37.3	6.8

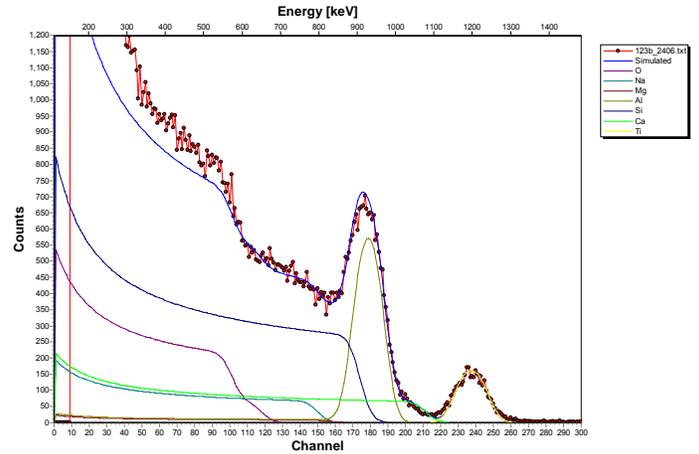


Figura A.28. Espectro 123, Al 73.0 % y Ti 7.4 %

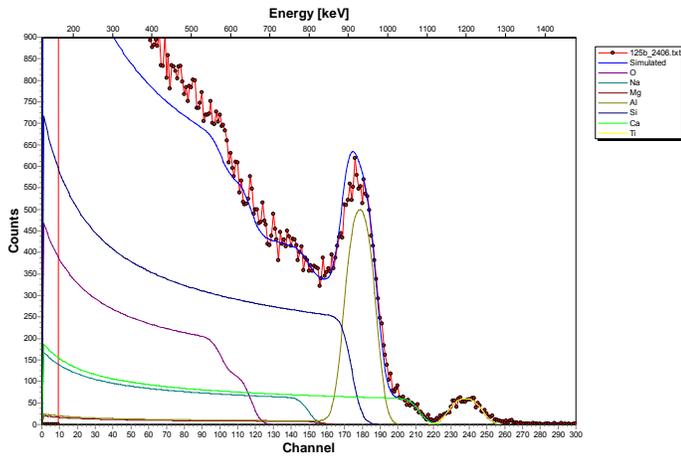


Figura A.26. Espectro 125, Al 62.0 % y Ti 2.7 %

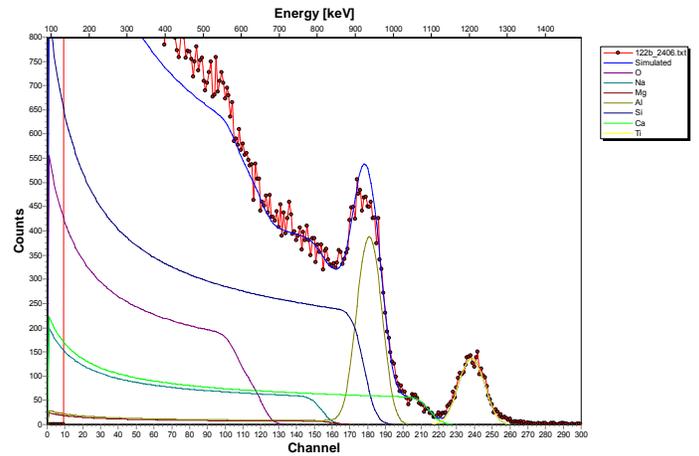


Figura A.29. Espectro 122, Al 60.0 % y Ti 7.5 %

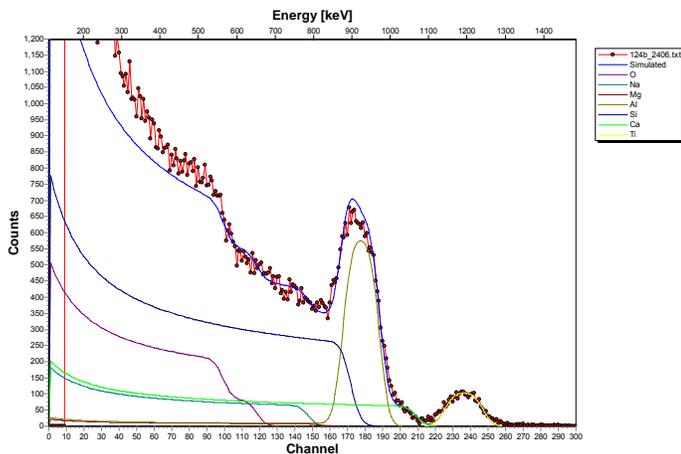


Figura A.27. Espectro 124, Al 70.0 % y Ti 4.5 %

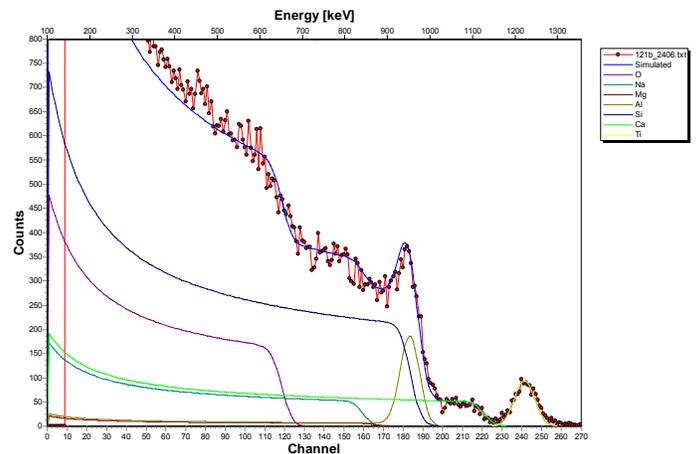


Figura A.30. Espectro 121, Al 37.3 % y Ti 6.8 %

Las figuras A.31-A.35 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M31. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.7 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M31.

Tabla A.7. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M31

Espectro	% Al	% Ti
136	76.0	2.0
137	77.0	6.5
138	70.0	12.0
139	45.0	13.5
140	60.0	40.0

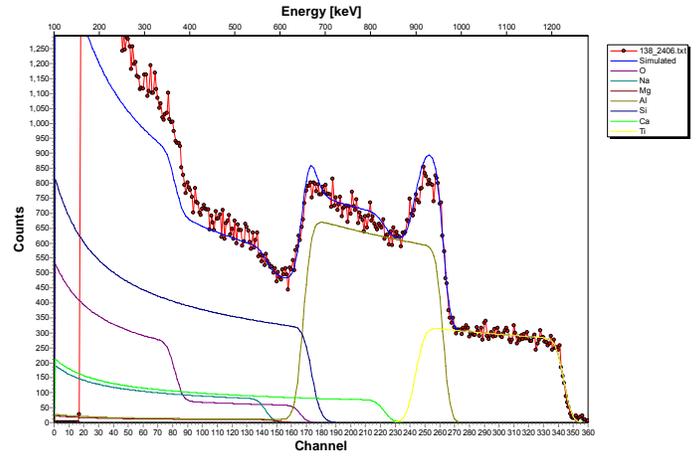


Figura A.33. Espectro 138, Al 70.0 % y Ti 12.0 %

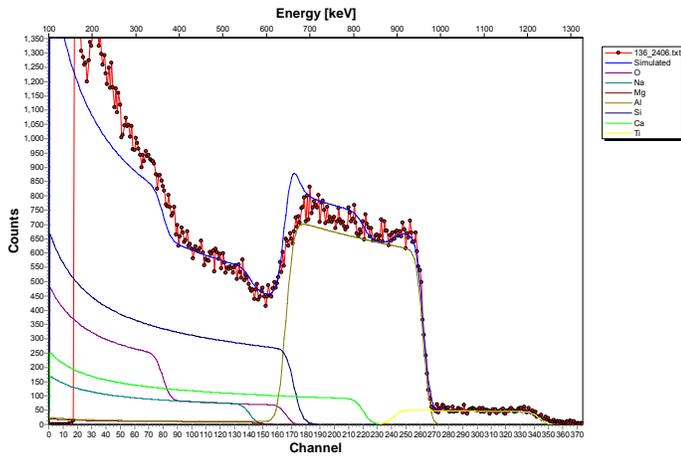


Figura A.31. Espectro 136, Al 76.0 % y Ti 2.0 %

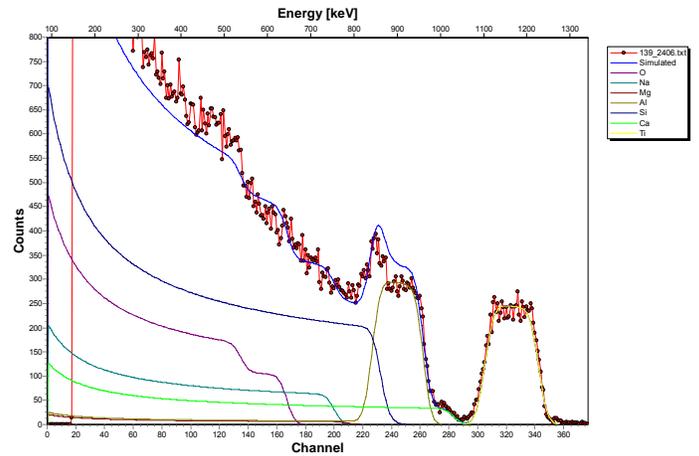


Figura A.34. Espectro 139, Al 45.0 % y Ti 13.5 %

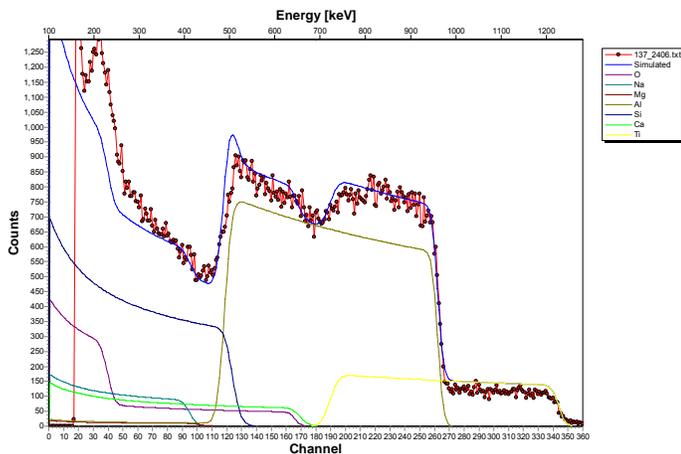


Figura A.32. Espectro 137, Al 77.0 % y Ti 6.5 %

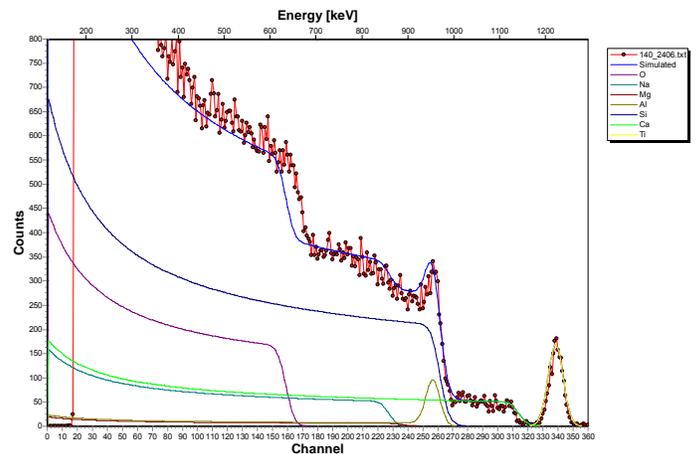


Figura A.35. Espectro 140, Al 60.0 % y Ti 40.0 %

Las figuras A.36-A.40 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M27. De este análisis observamos la variación de Al y Ti, a lo largo del substrato. La Tabla A.8 muestra un resumen de las concentraciones de Al y Ti de la muestra M27.

Tabla A.8. Concentraciones de Al y Ti de la muestra M27

Espectro	% Al	% Ti
131	70.0	5.0
132	66.0	7.7
133	50.0	7.6
134	40.0	8.5
135	28.0	8.0

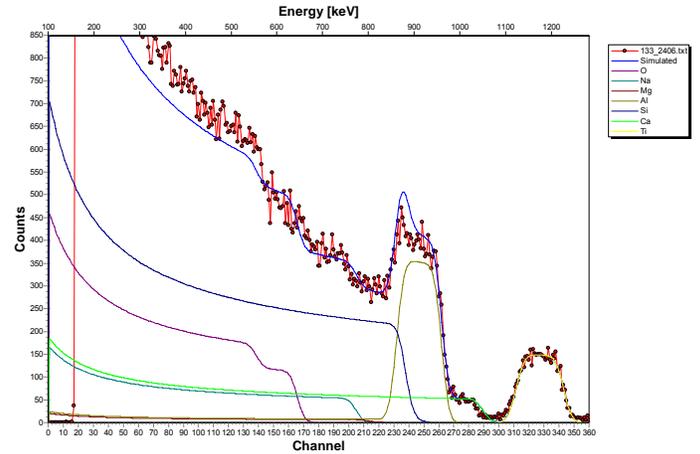


Figura A.38. Espectro 133, Al 50.0 % y Ti 7.6 %

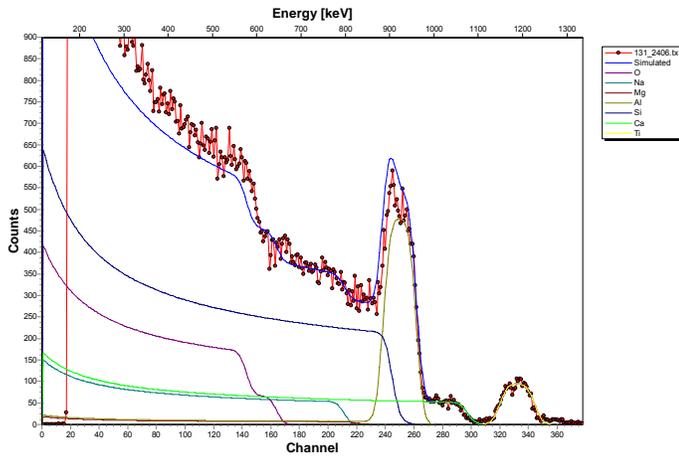


Figura A.36. Espectro 131, Al 70.0 % y Ti 5.0 %

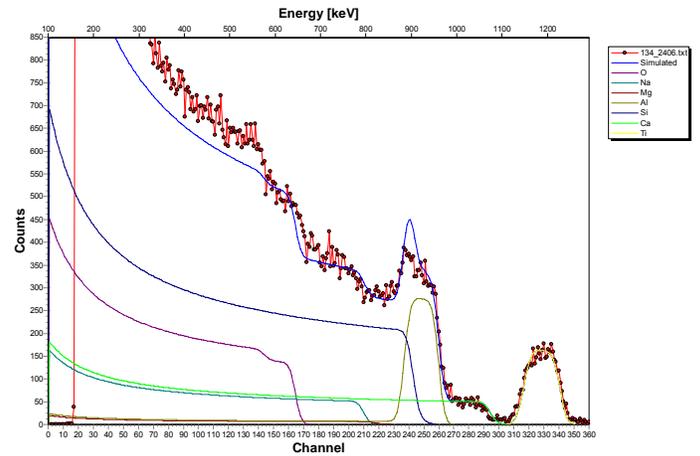


Figura A.39. Espectro 134, Al 40.0 % y Ti 8.5 %

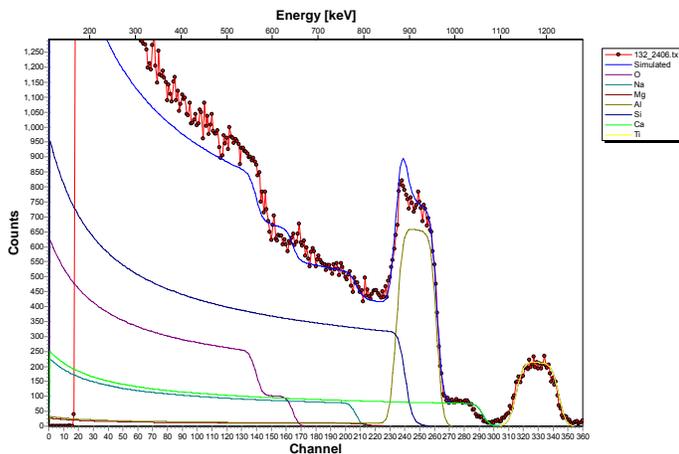


Figura A.37. Espectro 132, Al 66.0 % y Ti 7.7 %

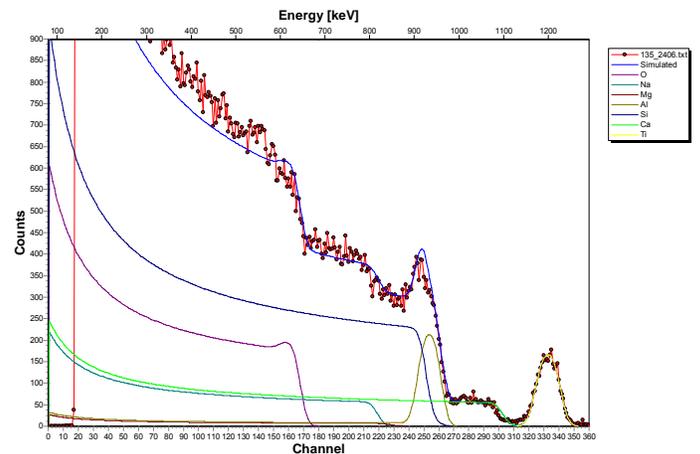


Figura A.40. Espectro 135, Al 28.0 % y Ti 8.0 %

Las figuras A.41-A.45 son los espectros de energía analizados con SIMNRA de la muestra M11. De este análisis observamos la variación de Al, a lo largo del substrato. La Tabla A.9 muestra un resumen de la concentraciones de Al de muestra M11.

Tabla A.9. Concentraciones de Al de la muestra M11

Espectro	% Al
76	67.0
77	61.0
78	64.0
79	59.0
80	35.0

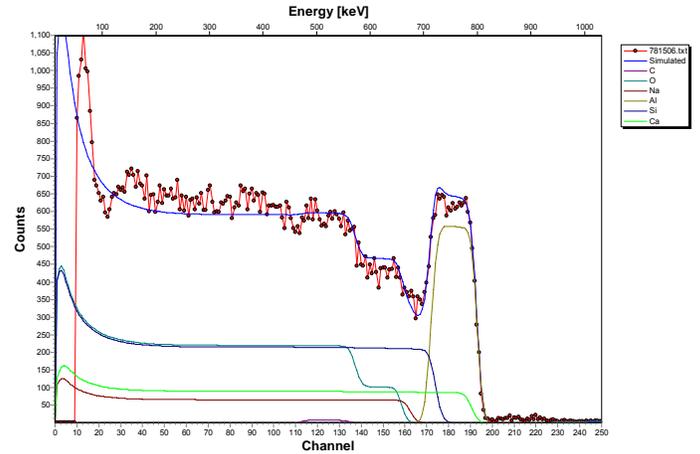


Figura A.43. Espectro 78, Al 64.0 %

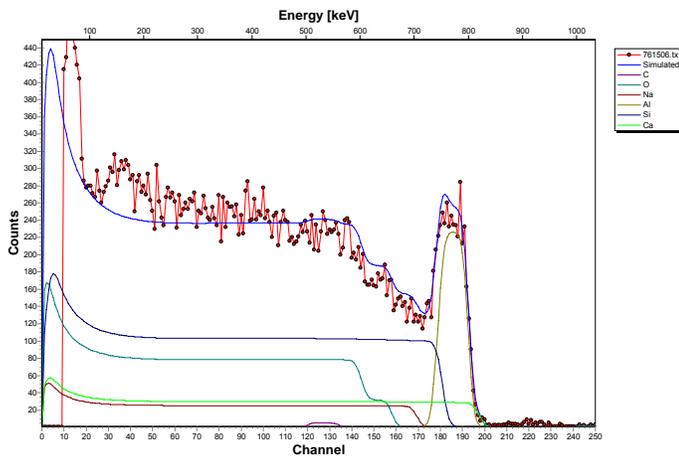


Figura A.41. Espectro 76, Al 67.0 %

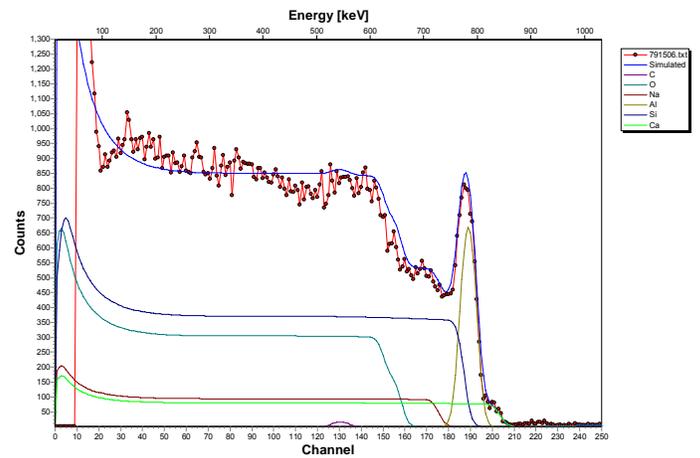


Figura A.44. Espectro 79, Al 59.0 %

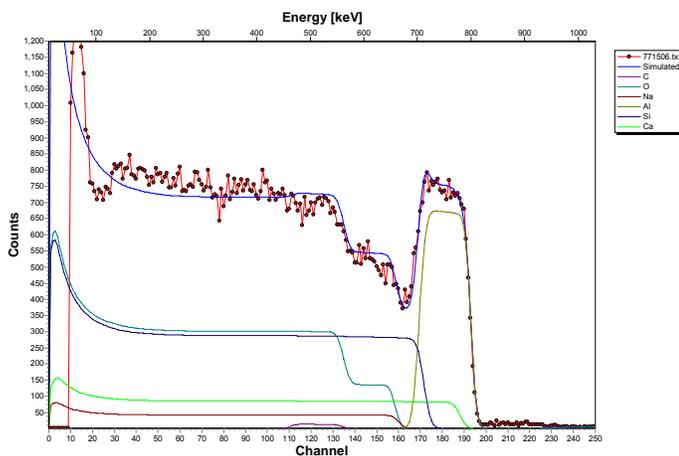


Figura A.42. Espectro 77, Al 61.0 %

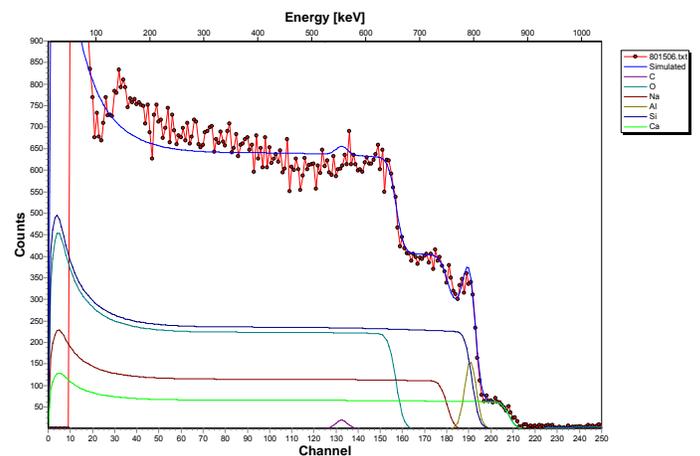


Figura A.45. Espectro 80, Al 35.0 %

Anexo B

Las figuras B.1-B.10 muestran las mediciones realizadas con el perfilómetro, junto con el ajuste Savitzky-Golay. Los cuadros, muestra el promedio de las mediciones y la línea roja el ajuste.

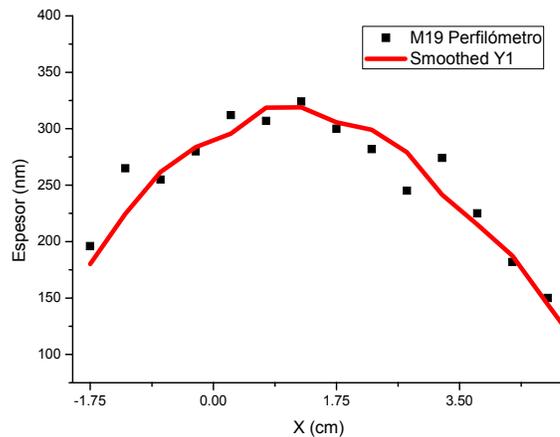


Figura B.3. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M19.

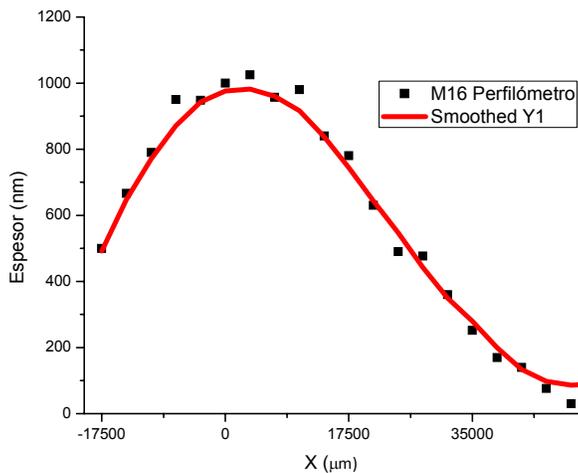


Figura B.1. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M16.

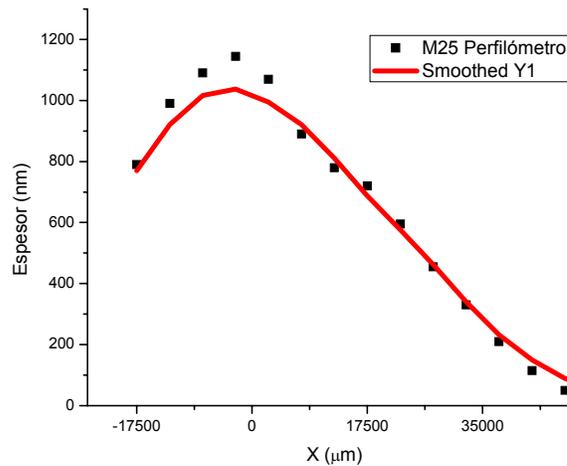


Figura B.4. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M25

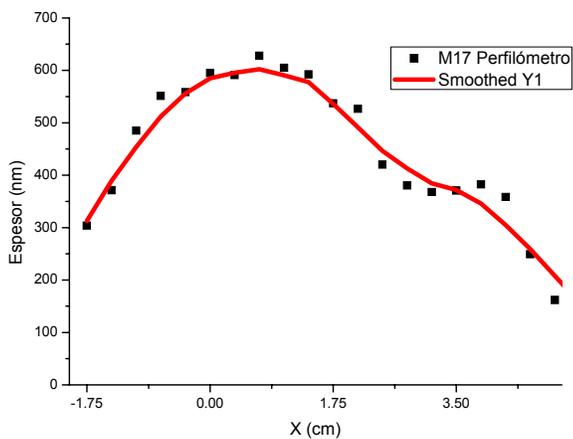


Figura B.2. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M17.

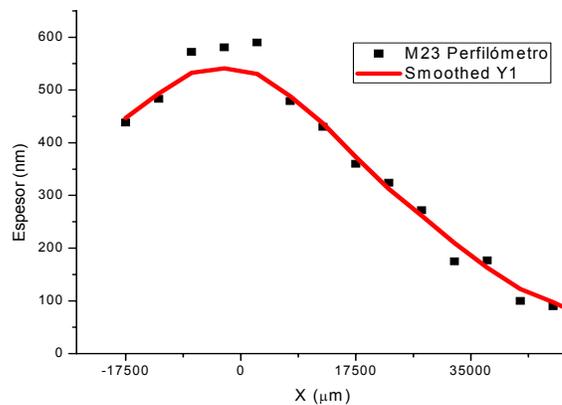


Figura B.5. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M23

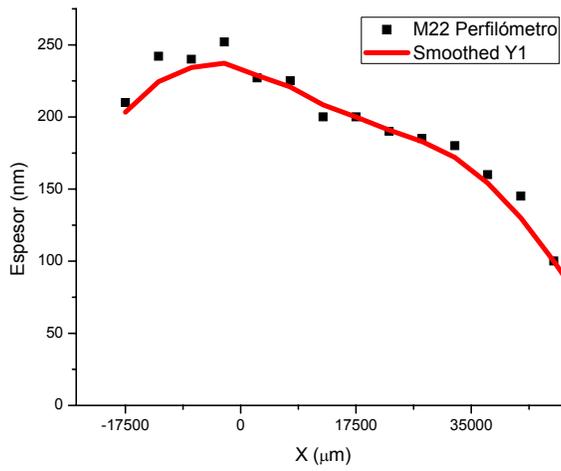


Figura B.6. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M22

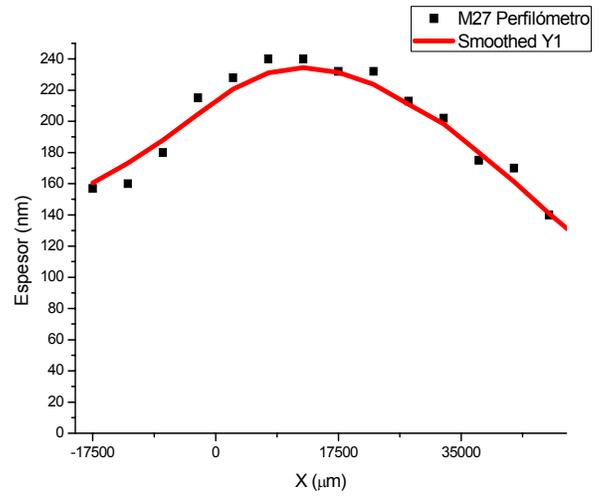


Figura B.9. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M27

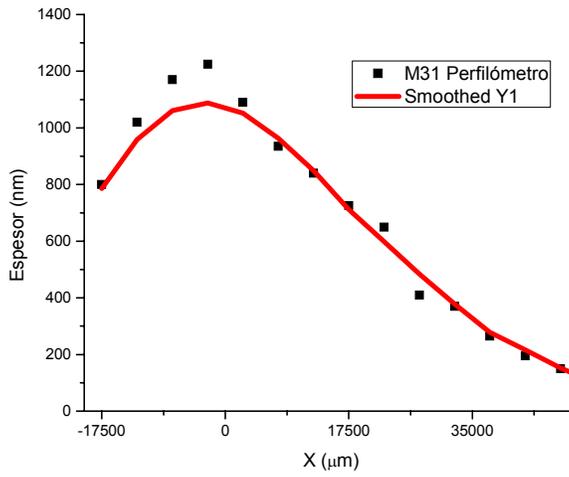


Figura B.7. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M31

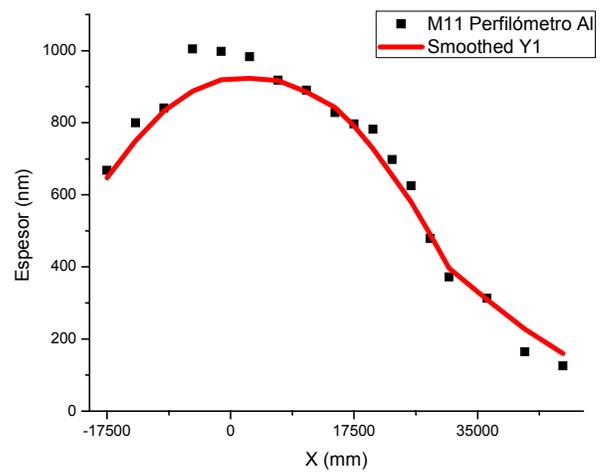


Figura B.10. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M11

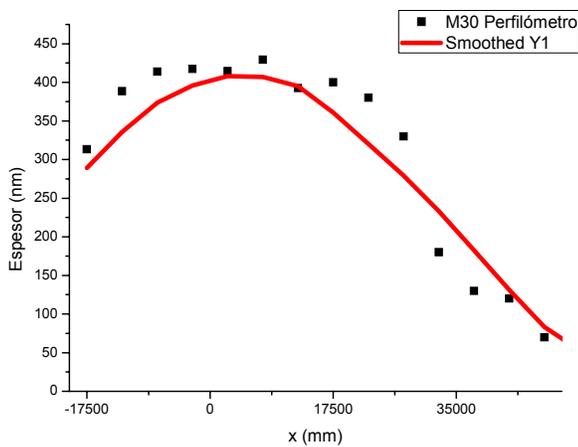


Figura B.8. Ajuste Savitzky-Golay de la muestra M30

Anexo C

Detector de barrera superficial y electrónica asociada para la adquisición de espectros con el acelerador van de Graaff de 5.5 Mev.

La figura C.1 muestra el sistema de medición que se usa en experimentos típicos del empleo de las TAON. Una de las componentes básicas es un detector de barrera superficial, donde las partículas con carga eléctrica, que inciden en el volumen sensible de este, producen pulsos de voltaje cuya amplitud es proporcional a la energía de cada partícula. La amplitud de los pulsos a la salida del detector es del orden de algunos milivolts y requiere de módulos electrónicos (pre-amplificador y amplificador) para amplificarlos linealmente y aumentar su amplitud a niveles de algunos volts (máximo 10 volts), con el objetivo de poder medir la amplitud de los pulsos usando una tarjeta electrónica, denominado “Sistema Analizador (Multicanal) de Altura de Pulsos”, la cual esta acoplada a una computadora personal. Los resultados del experimento constituyen lo que se denomina “espectro de altura de pulsos” y se presenta como una grafica en la que, el eje horizontal es la amplitud de voltaje máximo de los pulsos y el eje vertical es el número de pulsos. Este espectro se convierte en espectro de energía cuando se realiza la calibración del detector y que describimos en esta sección.

El detector de barrera superficial es un diodo y está constituido principalmente por silicio. Cuando se usa este diodo como detector de radiación ionizante el voltaje DC de operación es en el sentido de no conducción (o resistencia eléctrica alta).

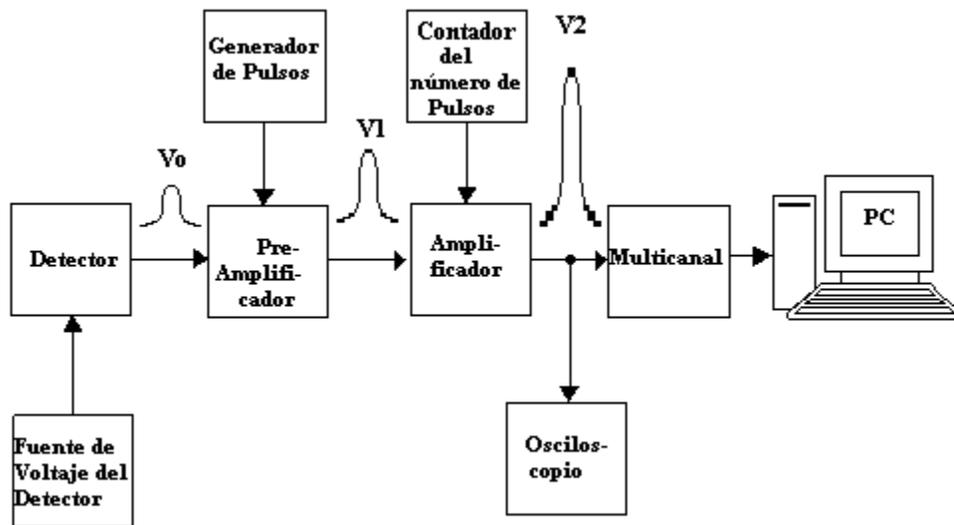


Figura C.1. El diagrama representa en forma esquemática la electrónica de pulsos de voltaje que se utiliza en la adquisición de datos en experimentos en el empleo de TAON.

La forma geométrica del detector es de un cilindro en cuyas caras transversales se ponen los contactos eléctricos (electrodos), siendo uno de estos una película de oro con un espesor de $\approx 500 \text{ \AA}$ y en el otro electrodo es una película delgada de aluminio. Un diagrama de un detector de barrera superficial se muestra en la figura C.2.

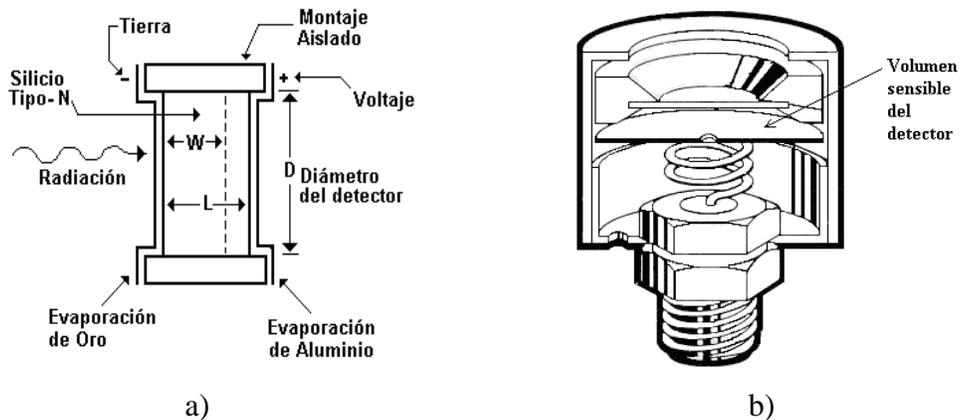


Figura C.2. a) Diagrama de un detector de barrera superficial de partículas y b) estructura mecánica del detector con el volumen sensible de oro.

El espesor del detector se selecciona según el tipo de partículas y su energía. Parte del diseño del experimento es seleccionar el espesor del detector de barrera superficial, para lo cual es necesario calcular las posibles energías de las partículas que se pueden producir por el bombardeo de las muestras.

La función principal del pre-amplificador es el acoplamiento de impedancias entre el detector y el amplificador. El pre-amplificador también forma los pulsos del detector por medio de un circuito de diferenciación.

El amplificador se caracteriza con un parámetro llamado “Ganancia” G , y se define como la razón entre las amplitudes del pulso de salida y el de entrada. El valor de G puede seleccionarse con un control (potenciómetro) y puede estar en el intervalo de 2.5 - 1500. Por ejemplo, si la ganancia $G = 1000$ y los pulsos de entrada son de 1 mV, los pulsos de salida tendrán una amplitud de 1 volt.

El sistema de análisis de amplitud de pulsos de voltaje se hace con una tarjeta electrónica que se acopla a una computadora personal. La tarjeta censa la amplitud máxima de cada pulso y las convierte a dígitos, convirtiendo señales analógicas a dígitos. Este es un “Sistema Multicanal de Análisis de Altura de Pulsos” (SMAAP). A la digitalización de los pulsos se les denota como número de “canal”, C , y son números enteros de la forma 2^n .

Calibración en energía del detector y el espectro de altura de pulsos

A continuación se describe con cierto detalle las características de espectros de energías que se generan con el detector de barrera superficial.

Las partículas que se inciden al detector tienen diferentes energías E , por lo tanto, el detector producirá una distribución de pulsos eléctricos con diferentes amplitudes. La relación entre E y v_0 es lineal. La amplitud de salida del pre-amplificador v_1 es proporcional a v_0 . La amplitud de los pulsos de salida v_2 es proporcional a la ganancia G , seleccionada del amplificador y será proporcional a la energía E de cada partícula. El sistema multicanal de análisis de pulsos,

como su nombre lo indica, analiza pulsos con una tensión máxima v_2 de 10 volts, que convierte amplitud de pulsos a dígitos en el formato de 2^n . A cada amplitud v_2 se le asigna un dígito denominado canal C , por lo que pulsos de 10 volts se clasifican con el número de canal 2048. A los Pulsos con valores de $v_2 = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8$ y 9 voltios, el sistema les asignará los canales: 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128, 256 y 512 respectivamente. El multicanal además de clasificar los pulsos por su altura, cuenta el número de estos. Esta información se presenta como una gráfica, donde el eje horizontal es el número de “canal” y el vertical es el número de pulsos correspondiente al canal.

La relación entre número de Canal C y energía E , se puede resumir analíticamente por relaciones de proporcionalidad (\sim), dado que $v_2 \sim v_1 \sim v_0 \sim E \sim C$. Estas relaciones de proporcionalidad se pueden resumir analíticamente como:

$$E = bC + O$$

El parámetro b (energía/canal) lo selecciona el usuario a través de la ganancia G del amplificador. El parámetro O tiene unidades de energía y se le denomina como “offset”. La determinación de b , normalmente se hace usando fuentes radiactivas que emiten partículas α , que se hacen incidir en el detector, ajustando así la ganancia G del amplificador. Tomando la energía de las partículas α como referencia, se obtiene el valor de b y O . A este proceso se le llama “calibración de energía de detector”.

La figura C.3 muestra un espectro de energía de calibración del detector, para el cual se usó una fuente triple de partículas α cuyos elementos radiactivos son: Pu^{239} (5150 KeV), Am^{241} (5480 KeV) y Cm^{241} (5800 KeV), los números entre paréntesis son las energías del decaimiento más intenso del radioisótopo indicado. En este ejemplo la ganancia G se seleccionó para que los parámetros b y O tuvieran los siguientes valores: $b = 7.82$ KeV/canal y $O = 78$ KeV.

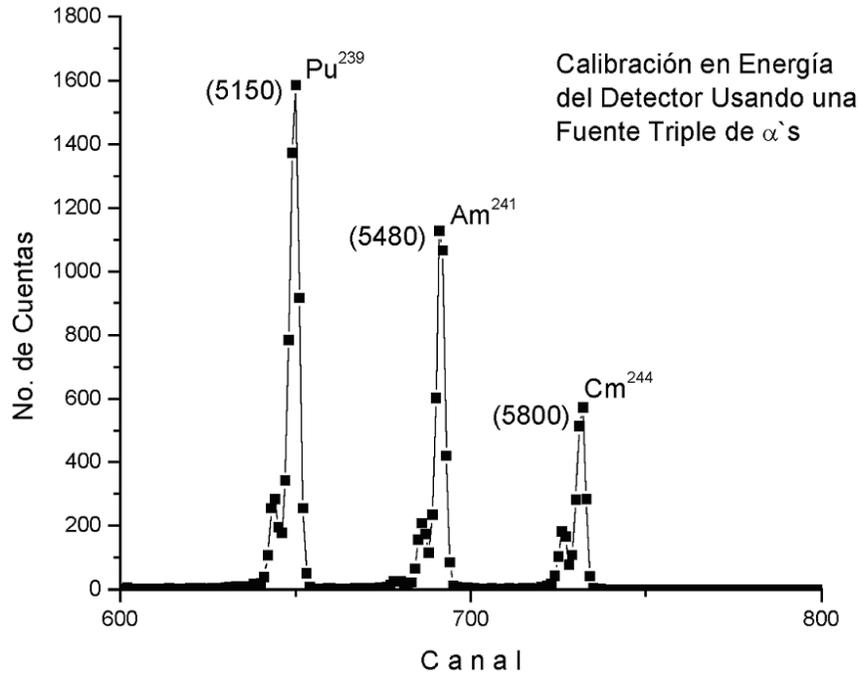


Figura C.3. Espectro de altura de pulsos para un detector de barrera superficial generado por la incidencia de partículas proveniente de una fuente triple de partículas α .

Potencia de frenamiento

La pérdida de energía por unidad de longitud $\frac{dE}{dx}$ de los iones incidentes en un material, es descrita por una fuerza que puede compararse con una “fuerza de fricción” y es debida a la interacción de los iones incidentes con la nube de los electrones de la muestra. Niels Bohr fue el primero en realizar una teoría para dar una explicación a este fenómeno [9], deduciendo la siguiente ecuación:

$$\frac{dE}{dx} = \frac{2\pi Z_x^2 e^4}{E} N Z_x \ln \frac{E}{I}$$

donde E es la energía del ión incidente con carga eléctrica $Z_x e$, N es el número de átomos por unidad de volumen de la muestra con número atómico Z_x , e I es el promedio de la energía de ionización.

Para ilustrar este fenómeno, se supone que la muestra es una película delgada de espesor t y es bombardeada con iones monoenergéticos de energía E_0 (p , d , α , etc.). Debido a que los iones incidentes interactúan con la nube de electrones, estos mantienen su viaje en línea recta y sólo cuando chocan con los núcleos atómicos, lo cual ocurre esporádicamente, los iones son dispersados o absorbidos por los núcleos. La figura C.4 muestra como es el esparcimiento de energía cuando un haz de partículas atraviesa un blanco de espesor t .

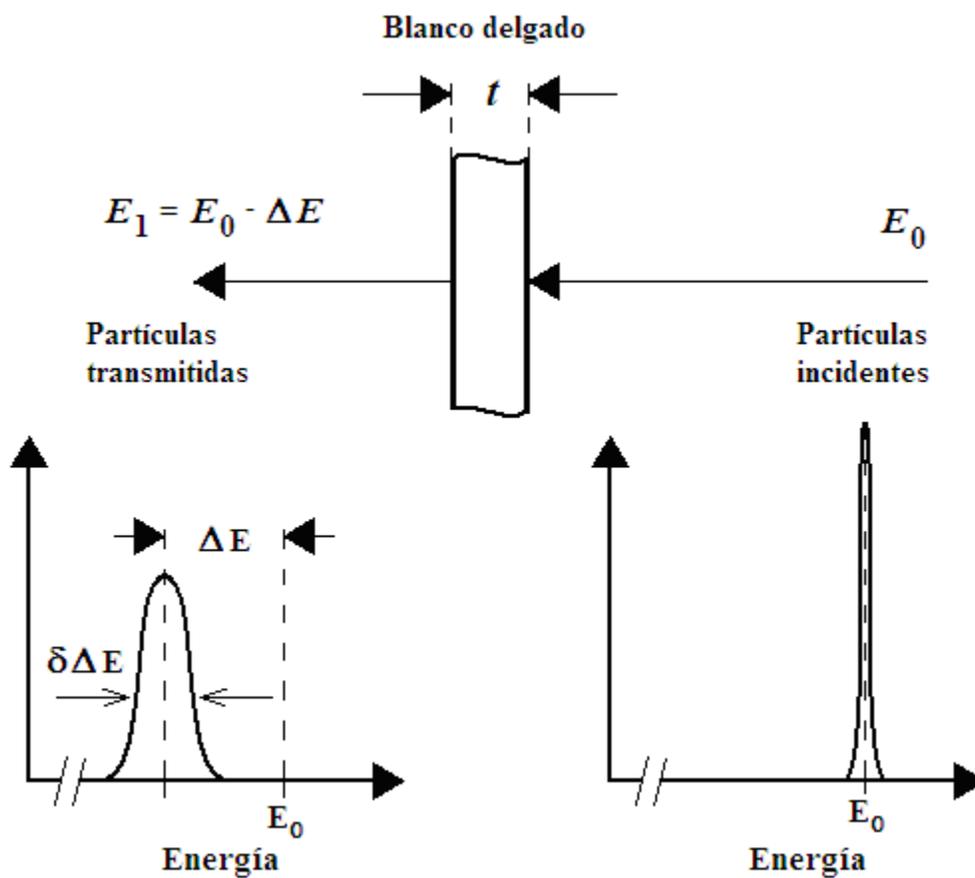


Figura C.4. Pérdida de energía ΔE de una partícula con energía E_0 que incide en una película de espesor t , con el esparcimiento de energía.

Esparcimiento de la pérdida de energía (straggling)

A las fluctuaciones en la pérdida de energía de iones, que inciden en un material, se le llama esparcimiento en la energía, conocido con el término "straggling". En la figura C.4 se observa un blanco delgado, de espesor " t ", con número de átomos por unidad de área Nt y número atómico Z_x , que es bombardeado con iones monoenergéticos de energía E_0 y carga eléctrica $Z_x e$. El efecto en el blanco es una pérdida de energía ΔE , por lo que la energía de los iones después de haber colisionado con el blanco es:

$$E_1 = E_0 - \Delta E$$

Sin embargo, los iones emergentes del blanco ya no tendrán una energía única, sino que tienen una distribución de energías cuyo promedio es E_1 . Esta dispersión en la energía se puede representar por una distribución Gaussiana $G(E)$ descrita por la siguiente función:

$$G(E) = \frac{1}{\Omega\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{E - E_1}{\Omega}\right)^2\right]$$

donde Ω es la desviación estándar de la distribución con centro en la energía promedio E_1 . El esparcimiento en energía limita la precisión de las TAON para determinar el perfil de los elementos, debido que empeora la resolución en energía.

Existen muchas teorías para explicar el fenómeno de esparcimiento de energía. Una de las teorías más simples es la teoría de Bohr quien dedujo la siguiente expresión para Ω [23]:

$$\Omega^2 = 4\pi(Z_x e^2)^2 Z_x Nt$$

Esta teoría predice que la desviación estándar σ es proporcional a \sqrt{t} . Cuando se tiene un "blanco grueso", este se puede considerar como una sucesión de capas delgadas.

Estimación de la concentración de elementos con SIMNRA

La figura C.5 es un perfil de profundidad obtenido con SIMNRA para la muestra M22 (124). Esta muestra está constituida de dos capas; la primera homogénea con espesor de 2500 monocapas (átomos/cm²) compuesta de Al, Ti y O, y una segunda, el substrato, de espesor infinito. Las Tablas C.I y C.II muestran las concentraciones para los elementos que componen la muestra M22.

Tabla C.I. Concentraciones de los elementos que componen una película de Al, Ti y O, con un espesor de 2500 monocapas.

Elemento	Concentración (%)
Al	70.0
Ti	4.5
O	25.5

Tabla C.II. Concentraciones de los elementos que componen el substrato (vidrio), O, Si, Na, Ca, Al, Mg y Ti, con espesor infinito.

Elemento	Concentración (%)
O	60.0
Si	24.0
Na	10.0
Ca	3.0
Al	1.0
Mg	1.0
Ti	1.0

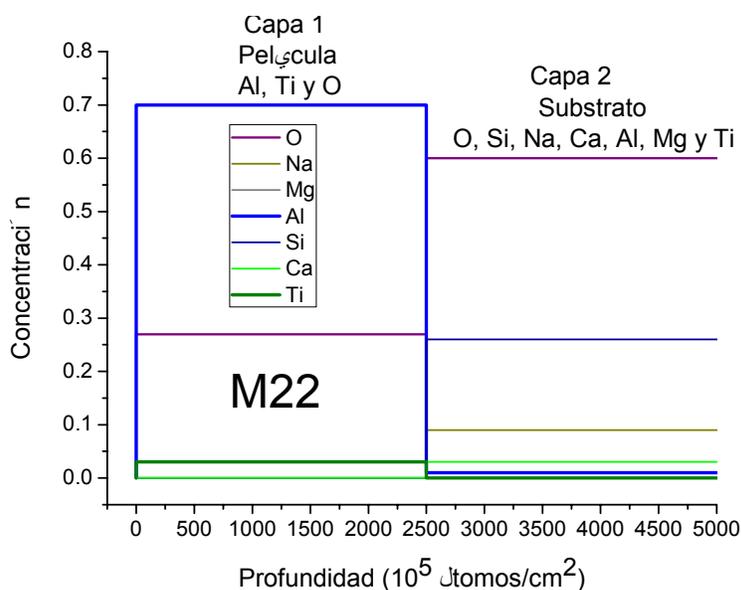


Figura C.5. Perfil de profundidad para la muestra M22 (124), depositada a 2 cm y área relativa 0.15.

De este espectro podemos obtener las concentraciones de Al y Ti.

Para convertir el perfil de profundidad a un espectro, como los mostrados en el presente trabajo, se procede de la siguiente manera. Como ya se había mencionado, el blanco es dividido en subcapas superficiales, cada espectro simulado está formado de por una superposición de la contribución de cada isotopo que componen cada subcapa en la muestra. El espesor de cada subcapa se elige de tal manera que la perdida de energía en cada subcapa se refiere a la anchura de paso de las partículas incidentes. Cuando las partículas incidentes penetran en la subcapa pierden energía por interacciones electrónicas y nucleares, y la energía del haz se esparce (straggling). Entonces, calcula la energía de las partículas retrodispersadas desde el principio hasta el final de la subcapa y, la energía de esas partículas cuando alcanzan el detector. La figura C.6 muestra como se esparce la energía cuando al inicio y final del bloque Δx .

Para tener en cuenta la energía esparcida y la resolución en energía finita del detector del bloque Δx , figura C.6, se realiza una convolución con una función Gaussiana $f(E, \sigma^2)$ de ancho:

$$\sigma^2 = \sigma_{epes}^2 + \sigma_{det}^2$$

σ_{epes}^2 , es la variación de la distribución de energía de las partículas que salen, del blanco, debido a la perdida de energía por esparcimiento (straggling) y σ_{det}^2 , es la resolución en energía del detector.

La contribución final del espectro de energía de cada isotopo es cada subcapa está dada por:

$$S(E) = \int_0^{\infty} S_0(E') f(E', \sigma^2(E')) dE'$$

$S_0(E)$ es la energía del espectro antes de la convolución y $S(E)$ la energía del espectro después de la convolución. Se debe considerar que el ancho de la Gaussiana cambia a través del bloque debido a diferentes contribuciones del esparcimiento de energía [11].

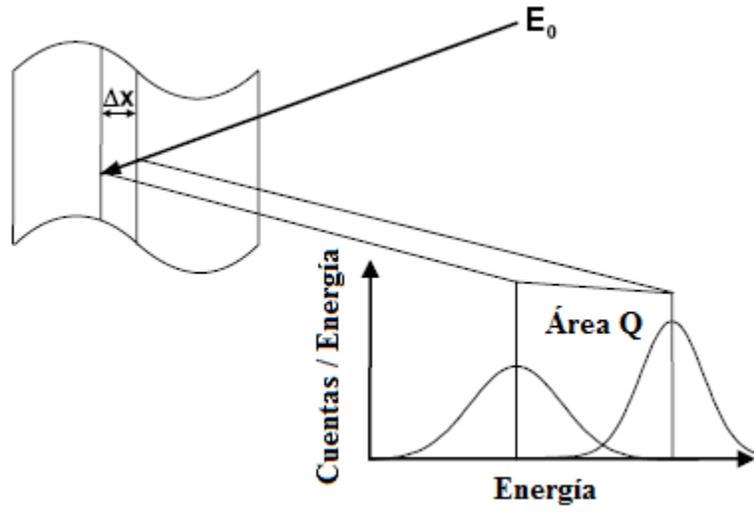


Figura C.6. Notación usada para un sólo bloque Δx , después de la convolución se obtiene un solo pico.

Referencias

- [1] *W. R. Grove.* Phil. Trans. Roy. Soc., 142, 87 (1852).
- [2] *F. M. Penning and J. H. A. Mabijs.* Proc. K. Ned. Akad. Weten., 43, 41 (1940).
- [3] *G. K. Wehner.* Phys, Rev., 102, 690 (1956).
- [4] *O. Almen and G. Bruce.* Sputtering Experiments in the High Energy Region. Nucl. Instr. Metho., 11, 279 (1961).
- [5] *G. K. Wehner.* Advances in Electronics and Electron Physics. 7, 239 (1955).
- [6] *P. Sigmund.* J. Mat. Sc. 8, 1545 (1993).
- [7] *H. M. Urbassek and W. O. Hofer.* Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk., 43, 97 (1993).
- [8] *Principles of Vapor Deposition of Thin Films.* S. Harsha. Elsevier Science. 2006
- [9] *Energy Dependence of the Ion-induced Sputtering Yields of Monatomic Solids.* N. Matsunami, Y. Yamamura, Y. Itikawa, N. Itoh, Y. Kazumata, S. Miyagawa, K. Morita, R. Shimizu and H. Tawara. Atomic Data and Nuclear Data 31(1984)1-80
- [10] *Materials Science of Thin Films.* M. Ohring. 2nd Edition. Academic Press 2002.
- [11] *Die Gesetze der molecular Stromung und die inneren Reibungstromung derGase durch Rohren.* M. Knudsen. Ann. Phys. (Leipzig) Vol. 28. 1909.
- [12] *Reactive Sputter Deposition.* D. Depla, S. Mahieu. Springer. 2008

- [13] *Dependence of the sticking coefficient of sputtered atoms on the target-substrate distance.* S. Mahieu, K. Van Aeken, D. Depla, D. Smeets and A. Vantomme. J. Phys, D: Appl. Phys. 41(2008) 152005.
- [14] *Concepts of Modern Physics.* A. Beiser. McGraw-Hill. 2003.
- [15] *Física. Vol. 2.* D. Halliday, R. Resnick, K. Krane. C. Editorial Continental. 1995.
- [16] *Backscattering Spectrometry.* W. K. Chu, J. W. Mayer, M. A. Nicolet. Academic Press. 1978.
- [17] *Particle Induce X-Ray Emission Spectrometry (PIXE).* S. A. Johansson, J. L. Campbell, K. G. Malmqvist. John Wiley & Sons LTD. 1995.
- [18] *Instrumentation for PIXE and RBS.* IAEA-TECDOC-1190. International Atomic Energy Agency. Austria. (2000).
- [19] *SIMNRA.* <http://home.rzg.mpg.de/~mam/>
- [20] *Caracterización elemental de zeolitas usando técnicas anailíticas de origen nuclear.* Julio César Cruz Cárdenas. Tesis Licenciatura. México, 2008.
- [21] *Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures.* A. Savitzky, M. J. E. Golay. Anal. Chem. 1964, 36(8), pp 1627–1639.
- [22] *Sputtering by Particle Bombardment.* R. Behrisch, W. Eckstein. Springer, 2007.
- [23] *Modelling of sputtering yield amplification effect in reactive deposition of oxides.* T. Kubart, T. Nyberg, A. Pflug, M. Siemers, M. Austgen, D. Koehl, M. Wuttig and S. Berg. Surf. and Coat. Tech. 204(2010) 3882-3886.
- [24] *Resputtering effects during ion beam assisted deposition and the sputter yield amplification effect.* S. Berg and I. Katardjiev. Surf. and Coat. Tech. 84(1996) 353-362.

- [25] *Understanding the discharge voltage behavior during reactive sputtering of oxides.* D. Depla, S. Heirwegh, S. Mahieu, J. Haemers and R. De Gryse. *Jour. of App. Phys.* 101. 013301 (2007).
- [26] *Numerical and experimental studies of the sputter yield amplification effect.* C. Nender, I. V. Katardjiev, J. P. Biersack, S. Berg and A. M. Barklund. *Rad. Eff. and Deff in Solids*, 130-131 (1994) 281-291.
- [27] *The metal flux from a rotating cylindrical magnetron: a Monte Carlo simulation.* K. Van Aeken, S. Mahieu and D. Depla. *J. Phys, D: Appl. Phys.* 41(2008) 205307.
- [28] *Experimental determination and simulation of the angular distribution of the metal flux during magnetron sputter deposition.* M. Horkel, K. Van Aeken, C. Eisenmerger-Sittner, D. Depla, S. Mahieu and W. P. Leroy. *J. Phys, D: Appl. Phys.* 43(2010) 075302.
- [29] *Discharge voltage measurements during magnetron sputtering.* D. Depla, G. Buyle, J. Haemers and R. De Gryse. *Surf. and Coat. Tech.* 200(2006) 4329-4338.