CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y EDUCACIÓN SUPERIOR DE ENSENADA



División de Física Aplicada Física de Materiales

Estudio por microscopía de fuerza atómica de los efectos de electromigración en películas delgadas de oro sobre vidrio

TESIS

Que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de Maestro en Ciencias presenta:

Néstor Perea López

Ensenada, Baja California, México. Septiembre de 2002.

23490

CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y EDUCACIÓN SUPERIOR DE ENSENADA



División de Física Aplicada Física de Materiales

Estudio por microscopía de fuerza atómica de los efectos de electromigración en películas delgadas de oro sobre vidrio

TESIS

Que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de Maestro en Ciencias presenta:

Néstor Perea López

Ensenada, Baja California, México. Septiembre de 2002.

RESUMEN de la tesis de Néstor Perea López, presentada como requisito parcial para la obtención del grado de **MAESTRO EN CIENCIAS** en **FÍSICA DE MATERIALES**. Ensenada, Baja California, México. Septiembre de 2002.

Estudio por microscopía de fuerza atómica de los efectos de electromigración en películas delgadas de oro sobre vidrio

Resumen aprobado por:

En este trabajo se realizo un estudio, por medio de la técnica de microscopía de fuerza atómica, de películas delgadas de oro depositadas por evaporación térmica sobre vidrio. El estudio trato el comportamiento de las estructuras superficiales de dichas películas al ser sometidas al flujo de altas densidades de corriente $(1.6 \times 10^6 \text{ A cm}^{-2})$. Se sabe que esta cantidad de corriente es suficiente para inducir el fenómeno de electromigración, el cual produce cambios en la estructura superficial de las muestras. Aquí se presentan los resultados de estas modificaciones. Por otra parte se encuentra que este fenómeno presenta gran potencial para la óptica de plasmones en superficies metálicas así como para la transmisión óptica altamente mejorada. Esto se debe a que al inducir el fenómeno de electromigración se pueden producir los cúmulos sobre superficies metálicas o las perforaciones nanométricas que se requieren para observar los fenómenos ópticos mencionados.

Palabras clave: Electromigración, MFA, Películas Delgadas.

ABSTRACT of the thesis of Néstor Perea López, submitted to the **CENTRO de INVESTIGACION CIENTIFICA Y EDUCACION SUPERIOR de ENSENADA** in partial fulfillment of the requirements for the degree of **MASTER** in **SCIENCE** with specialty in **PHYSICS OF MATERIALS**. Ensenada, Baja California, Mexico. September, 2002.

Atomic force microscopy study of the effects of electromigration in gold thin films deposited on glass

Abstract approved by:

Gold thin films were prepared by thermal evaporation on glass substrates and studied by atomic force microscopy. The aim of the work is to study the changes of the surface structures of the thin film when the film carries a high DC current $(1.6 \times 10^6 \text{ A cm}^{-2})$. In particular, the DC current induced electromigration was systematically studied. In a process of electromigration, the DC current induces dramatic changes of the surface microstructures of the film. The observed changes include nanometric holes and island particles, which can be controlled by the current intensity and duration time, etc. In this report the experimental results of study are present and discussed. It has found that the electromigration has a great potential for studies on surface plasmon scattering on metallic surfaces as well as for strongly enhanced optical transmission through subwavelength holes.

Keyword: Electromigration, AFM, Thin films.

Dedicatorias

A mis padres con todo mi cariño y respeto

A Ana Laura con amor

A mi familia

Agradecimientos

A mi comité de tesis formado por el Dr. Mufei Xiao, el Dr. Gustavo Hirata y el Dr. Heriberto Márquez por el apoyo brindado para la realización de este trabajo.

A Teresa Romero, Roberto Núñez y Víctor Soto por su ayuda durante mis estudios de maestría.

A Wencel de la Cruz por su tutoría en la operación del microscopio de fuerza atómica.

A Israel Gradilla por las facilidades prestadas para la fabricación de las muestras.

A Pedro Casillas, Eduardo Martínez y Oscar Blanco por su paciencia y facilidades prestadas para la limpieza de sustratos.

Muy especialmente al Dr. Fidel Díaz por su amistad y orientación.

Al CONACyT por la beca que me otorgó para realizar estos estudios.

A todos mis maestros, compañeros y amigos ¡Muchas Gracias!.

Índice general

		Página
Ι	Introducción	1
II	Conceptos básicos	4
	II.1 Electromigración	4
	II.1.1. Introducción	4
	II.1.2 Aspectos generales de la electromigración en pelícu- las delgadas	5
	II.1.2.1 Transporte de masa	6
	II.1.2.2 Divergencia del flujo II.1.2.2 Distribución de la temperatura y aglome-	10
	ración de corriente	12
	II.2 Microscopía de fuerza atómica	15
	II.2.1 Introducción	15
	II.2.2 Modos de operación del MFA.	17
	II.2.2.1 Modo de contacto	18
	II.2.2.2 Modo de no-contacto.	19
	II.2.2.3 Modo de contacto intermitente	20
	II.2.3 Interacciones entra la punta y la muestra	21
	II.2.4 Detección de la deflexión de la ménsula	24
	II.3 Microscopía electrónica de barrido	25
	II.3.1 Funcionamiento del SEM	26
III	Desarrollo experimental.	29
	III.1 Diseño de los experimentos	29
	III.1.1 Experimento 1	32
	III.1.1 Experimento 2	33
4	III.2 Preparación de las muestras	34
	III.2.1 Fabricación de las películas delgadas de oro	34
	III.2.2 Inducción de la electromigración	36

III.3 Análisis de las muestrasIII.3.1 Toma de imágenesIII.3.2 Análisis de las imágenes	40 40 41
IV Resultados y Discusión	42
IV.1 Estudio de la superficie de películas delgadas de oro sobre vidrioIV.1.1 Características generalesIV.1.2 Rugosidad y tamaño de grano	42 42 44
IV.2 Resultados del experimento 1	46
IV.3 Resultados del experimento 2	50
 IV.4 Otras observaciones IV.4.1 Evidencia macroscópica de transporte de masa durante la EM IV.4.2 Evidencia microscópica de transporte de masa 	53 53
Durante la EM	55
V Conclusiones.	57
Literatura Citada.	59
ANEXOS	

A	Resolución	62
B	Fabricación de películas delgadas por evaporación térmica.	63
С	Circuito de la fuente de corriente.	70



Índice de figuras

Figura		Página
1	Diagrama esquemático de la operación de AFM en modo de contacto intermitente.	21
2	Grafica de los distintos tipos de interacción que existen entre la punta y la muestra como función de la distancia de separación.	22
3	Esquema de un AFM con detección por deflexión láser	25
4	Esquema de la operación de SEM, en la cual se aprecia el origen de distintos tipos de electrones secundarios (ES) que llegan al detector. En la muestra, los electrones retro dispersados (ERD) se encuentran a mayor profundidad por lo tanto requieren mayor energía que los secundarios para escapar del sólido	27
5	Ilustración del proceso de generación de electrones secundarios en distintas regiones de la muestra.	28
6	Ilustración de una muestra de las que se fabricaron en este trabajo, a) Esquema no a escala de una muestra. b) Fotografía de un sustrato con 5 muestras de 2mm x 2mm.	29
7	Esquema de las mascarillas que se usaron para fabricar las muestras. a) Mascarilla para depositar electrodos, 5 sobre un solo vidrio. b) Mascarilla para depositar la película delgada; esta mascarilla tiene perforaciones rectangulares (3LxL), de forma que la película se traslape con los electrodos y haga contacto eléctrico.	35
8	Esquema de las conexiones realizadas para efectuar el tratamiento térmico por efecto joule.	36
9	Esquema de la conexiones de la fuente de corriente a la muestra.	37
10	Esquema del portamuestras	38

Figura 11	Circuito eléctrico equivalente del sistema, las 3 resistencias en posición horizontal pertenecen a la muestra, en tanto que las verticales pertenecen al portamuestras. En este circuito no se toman en cuenta las resistencias de contacto óhmico que aparecen por la unión de materiales distintos, se consideran despreciables.	Página 39
12	Fotografía de la cabeza del microscopio AFM Quesant Qscope 250. a) imagen de vista superior de la punta del microscopio. b) imagen de la cabeza al momento de tomar una imagen	40
13	Imagen de la superficie de una película de oro. a) imagen tomada con AFM de un área de 300 x 300 nm, b) Imagen de SEM a una a una amplificación mayor. El espesor de esta es de 100 nm y el tamaño de grano promedio es de 30 nm.	43
14	Gráfica de Rugosidad vs. Espesor de las muestras que se fabricaron para este trabajo. En esta se aprecia un incremento lineal de la rugosidad media con el espesor de la muestra	44
15	Gráfica del tamaño de grano promedio vs. espesor de las muestras analizadas en este trabajo de investigación, el tamaño de grano promedio se mantiene mas o menos constante (30 nm) una vez que la película se hace continua.	45
16	Variación de la rugosidad media (Ra) con el tiempo de exposición a flujo de corriente, Aquí se puede ver que la rugosidad aumenta con el tiempo de exposición	46
17 -	Imágenes de AFM de los tamaños de grano de: a) Una película delgada de oro normal, b)Una película delgada expuesta a 960 segundos de flujo de corriente (800 mA). El tamaño de grano se incremento de 30 nm a 80 en la película expuesta	47
18	Imágenes de AFM de la topografía de la superficie de las películas delgadas expuestas una densidad de corriente de 1.6×10^6 A/ cm ² . a) y b) pertenecen a una misma muestra, pero la imagen b) se tomo después de 960 seg. de fluir tal densidad de corriente. c) y d) pertenecen a otra muestra pero la imagen d) se tomó después de 600 segundos de flujo. En las imágenes b) y d) se observa la aparición de huecos causados por electromigración	48

49

50

51

52

54

Figura

19 Grafica de la asimetría (*skewness* en ingles) de los histogramas de las imágenes de las muestras analizadas en este experimento. Se puede apreciar que a mayores tiempos de exposición las distribuciones se hacen mas asimétricas hacia el lado negativo, esto indica que están apareciendo perforaciones en la superficie de las muestras.

- 20 Imagen tomada con MFA de la superficie de una de las muestras de 10 nm de espesor, aquí se aprecia que la película no es continua sino que esta formada por cúmulos, por esta razón las películas presentan alta resistencia eléctrica.
- 21 Imágenes de MFA de la superficie de las muestras con espesores de: a) 25 nm, b)50 nm y c) 80 nm. Aquí se puede apreciar que en las películas de 25 y 50 nm existen perforaciones, y el tamaño de estas es mayor en la de 25 nm que en la de 50 nm, en tanto que en la película de 80 nm solo se observa un agrietamiento de la superficie.
- 22 Fotografía de una de las muestras de 150 nm que se fracturó al intentar aplicarle la densidad de corriente que requería el experimento $(1.6 \times 10^6 \text{ A/cm}^2)$.
- 23 Imágenes de microscopio óptico de una de las muestras expuestas a 1.6×10^6 A/cm² por 600 seg. estas imágenes se obtuvieron de la región de traslape de la película delgada con el electrodo. a) imagen del traslape con el electrodo del cátodo. b) imagen del traslape con el electrodo del ánodo. c) Un esquema del fenómeno en una vista lateral del sistema. En este se señalan las regiones de traslape como zonas de alta presión (ánodo) y baja presión (cátodo).
- Imagen de MFA de la identación creada en una de las muestras. a) la identación como se fabrico; intacta. b) imagen de la misma estructura superficial después de aplicar una densidad de corriente de 1.2×10^{6} A/cm² por 300 segundos en el sentido de la flecha en la imagen. c) la misma identación, pero después de aplicar la misma densidad de corriente en sentido contrario. Se puede apreciar en estas imágenes que el flujo de masa sigue la dirección y sentido del flujo de electrones (que es opuesta a la dirección de la corriente convencional).

55

Figura

25	Ilustración de los tipos más comunes de fuente de evaporación. a) De horquilla. b) Espiral, c) Bote. d)Bote cubierto de alúmina. e) bote de alambre en espiral y f) bote de alúmina con calentador en espiral.	63
26	Superficie receptora $dS2$, la cual forma un ángulo $_{\theta}$ con la dirección del flujo de vapor.	66
27	Evaporación desde una pequeña área S hacia una superficie paralela al plano.	68
28	Gráfica de la distribución de espesores sobre una superficie plana para: a) Una fuente puntual (línea sólida). b) Una fuente superficial (línea punteada).	69
29	Diagrama electrónico de la fuente de corriente que se fabrico para los experimentos realizados en este trabajo de investigación. En este circuito el potenciómetro [S] es el ajuste de la corriente y el potenciómetro [R] simula la carga	70

Índice de tablas

Tabla		Página
I.	Tabla de experimentos, en esta se muestra cada uno de las varia- bles que se usaron para el experimento.	32
II.	Espesores de las películas que se fabricaron para el experimento 1	33
III.	Tiempos de exposición de cada muestra en el experimento 2	33
IV.	Comparación de la resolución de distintos microscopios	59

"Estudio por microscopía de fuerza atómica de los efectos de electromigración en películas delgadas de oro sobre vidrio".

Capitulo I: Introducción.

Cuando se tiene una película delgada metálica, a la cual se le hace circular una alta densidad de corriente $(1 \times 10^6 \text{ A cm}^{-2})$, se producen modificaciones de las características morfológicas de su superficie. Estos cambios estructurales no son visibles a simple vista o por microscopía óptica, por dicha razón estos cambios sólo pueden ser estudiados usando microscopía de alta resolución (Apéndice A). Una de las técnicas que mejor se adecua para este tipo de medición en superficies, es el microscopio de fuerza atómica (en adelante se hará referencia a este como MFA), gracias a su alta resolución, versatilidad y casi nula preparación de la muestra.

El fenómeno que provoca las modificaciones en la superficie de estas películas delgadas es conocido como electromigración (que en adelante se abreviará como EM). El fenómeno de EM se relaciona con el movimiento de masa en un conductor, dicho movimiento es inducido por una alta densidad de flujo de electrones a través de éste. El fenómeno de EM cobró gran importancia en la década de 1960's, cuando la industria microelectrónica emergía. Los estudios que se realizaron en ese entonces tenían como finalidad el resolver los problemas que causa la EM en microcircuitos, ya que es considerada una de las principales causantes de falla en la electrónica de muy alto grado de integración (VLSI por sus siglas en inglés), los pioneros en esta área son de I. A. Blech y E. S. Meieran con los trabajos que realizaron en 1967, en los cuales se analizó el fenómeno por medio de microscopia electrónica de transmisión (TEM por sus siglas en inglés). Posteriormente y hasta la fecha se siguen publicando trabajos en esta área , en los que se analiza, se observa o se modela de distintas formas el comportamiento de varios sistemas ante el fenómeno de EM [I. A. Blech y R. Rossenberg, 1975. K. N. Tu, 1992. A. I. Oliva *et al*,1992. L. E. Levine *et al*, 1993. M. Paniccia *et al*, 1993. M. Aguilar *et al*, 1998a y 1998b. P. J. De Pablo *et al*, 2000].

Uno de los efectos característicos de la EM es la formación de estructuras en la superficie, ya sea perforaciones o bien protuberancias. Este efecto de la EM es, como ya se dijo, un problema para la microelectrónica, sin embargo, en este trabajo se pretende presentar los efectos de este fenómeno como herramientas para crear superficies metálicas con las características morfológicas deseadas para cierta aplicación. Por ejemplo, en óptica ha atraído gran interés el estudio de partículas nanométricas, depositadas o semienterradas, sobre superficies metálicas. Estas se relacionan con la dispersión mejorada de plasmones de superficie y con la microscopia de campo cercano [S. Bozhevolnyi y F. A. Pudonin,1997. M. Xiao et al, 2000].

Por otra parte, la creación de sistemas bidimensionales de perforaciones nanométricas en películas delgadas metálicas ha causado gran atracción puesto que se les asocia con el fenómeno de transmisión óptica extraordinariamente mejorada (*Extraordinary Enhanced Optical Transmission* en inglés) [T. W. Ebbesen *et al*, 1998. H. F. Ghaemi *et al*, 1998.], los fenómenos mencionados tienen un enorme potencial tecnológico y el fenómeno de EM en películas delgadas metálicas ofrece la posibilidad de crear este tipo de sistemas de una forma sencilla y económica.

De acuerdo con lo dicho anteriormente, la intención de este trabajo es realizar una serie de experimentos orientados a la definición de una técnica sencilla para producir superficies metálicas con características estructurales controladas. Para lo cual será necesario fabricar muestras de películas de oro sobre vidrio con distintas dimensiones, someterlas a altos flujos de corriente para provocar la EM, observar y analizar los efectos por medio de MFA. Al realizar esto, se espera tener una caracterización de los efectos de EM en nuestras muestras para definir un proceso con el cual se puedan crear superficies metálicas con las propiedades estructurales específicas.

Capitulo II: Conceptos Básicos.

II.1 Electromigración

II.1.1 Introducción

En el contexto general de las interacciones en películas delgadas metálicas, la EM ocupa un lugar particular debido a que el fenómeno involucrado no resulta del transporte de material a causa de gradientes en el potencial químico. En cambio, el movimiento de material en EM resulta de la interacción entre los átomos de un conductor y una corriente directa de electrones fluyendo a través de este conductor. Aunque los efectos de aleación pueden tener un rol importante en los estudios de la EM en películas delgadas, los de principal interés se relacionan con el movimiento de material en metales puros. De cualquier manera la EM, al igual que otros fenómenos de transporte en películas delgadas, se produce por difusión a través de las fronteras de grano, de tal forma que el mecanismo de transporte atómico es el mismo para la EM que para la mayoría de las interacciones en películas delgadas de interés tecnológico. En la EM la fuerza motriz se considera usualmente como la suma de dos efectos: el primero es interacción electrostática entre el campo eléctrico y las corazas iónicas de los átomos despojados de sus electrones de valencia, y el segundo es una fuerza de fricción entre estos iones y los portadores de carga que

fluyen, la cual es conocida como fuerza del "viento de electrones". En metales, los cuales son buenos conductores, usualmente la fuerza del viento de electrones es dominante.

El interés por el estudio de la EM inicio en la década de los sesenta con los trabajos de Blech y Meieran, en 1967, quienes observaron que la EM en películas delgadas de aluminio podría ser una causa significativa de falla en circuitos semiconductores planares. Este descubrimiento dio inicio a un periodo de intensa actividad en la investigación del fenómeno de EM en películas delgadas. El cual en ciertos aspectos es muy distinto al efecto de EM que se había estudiado previamente en muestras líquidas o en bulto. Un trabajo de revisión excelente de los primeros trabajos en esta área se publicó en 1973 [F. d'Heurle y R. Rosenberg, 1973]. En años recientes, con el desarrollo de nuevas técnicas de medición, se ha podido realizar una gran cantidad de mediciones cuantitativas en películas delgadas de materiales puros, así como de aleaciones.

II.1.2 Aspectos generales de la electromigración en películas delgadas.

En la discusión de la EM en películas delgadas, es útil iniciar con una descripción de las características sobresalientes que distinguen la EM en películas delgadas de su contraparte en materiales en bulto. Sin contar algunas excepciones, las

5

mediciones de EM en bulto se realizan a temperaturas relativamente altas (cercanas al punto de fusión) y a densidades de corriente moderadas (10^4 Acm^{-2}), en estas condiciones el modo de transporte dominante es la difusión a través de la red cristalina. En cambio, los parámetros seleccionados para el estudio de EM en películas delgadas ha sido, en gran parte, definido por las condiciones prevalecientes en el uso de películas delgadas como conductores en los dispositivos electrónicos. Por lo cual, el estudio de EM en películas delgadas se ha realizado en su mayoría densidades de corriente altas (de 10^5 a 10^7 Acm^{-2}) y a temperaturas relativamente bajas ($0.3T_f < T < 0.7T_f$ donde T_f es la temperatura de fusión del material), en estas condiciones, la difusión a través de la red cristalina se vuelve muy pequeña y el transporte se da, en su mayoría, por difusión a través de las fronteras de grano. El rol preponderante de la difusión por las fronteras de grano no solo resulta de la baja temperatura a la que se realizan los experimentos, sino también del tamaño de grano, que usualmente es muy reducido.

II.1.2.1 Transporte de masa

En una red cristalina el flujo atómico J_l debido a la EM se puede expresar como:

$$J_l = \frac{N_l D_l}{kT} Z_l^* eE \tag{1}$$

Donde N_l es la densidad atómica, D_l es el coeficiente de difusión, Z^*e es la carga efectiva y kT tiene su significado usual, el subíndice l denota que son parámetros de

la red cristalina (*lattice* en inglés). Partiendo de consideraciones teóricas [H. B. Huntington y A. R. Grone, 1961] la carga efectiva está dada por :

$$Z_l^* = z \left[1 - \gamma \left(\frac{\rho_d}{N_d} \right) \left(\frac{N_l}{\rho_l} \right) \frac{|m^*|}{m^*} \right]$$
(2)

donde z es la relación átomo/electrón; es decir, el número de electrones de conducción por átomo, el producto $(\rho_d/N_d)(N_l/\rho_l)$ es la relación de la resistividad específica de los defectos en movimiento con la de los átomos de la red cristalina. El término $|m^*|/m^*$ indica el cambio de la dirección de la fuerza con el signo de los portadores de carga; γ es un término promediador, el cual se introduce para tomar en cuanta la variación de la fuerza a lo largo de un salto atómico (usualmente se considera 0.5).El primer término a la derecha en la ecuación 2, z, es la fuerza electrostática entre los iones y el campo eléctrico, en tanto que el segundo término, el cual es negativo, es la fuerza del viento de electrones, que se origina por la interacción entre los iones y los portadores de carga en movimiento. En trabajos previos, [Ch. Herzig y D. Cardis, 1975] se encontró que valor de Z^* para el oro es de alrededor de -7 para una temperatura de 1200 K, lo cual indica que la fuerza del viento es considerablemente mayor que la fuerza electrostática (por un factor de 8). En general esto se cumple para la mayoría de los metales que son buenos conductores de electricidad. La ecuación 2 da una formulación relativamente sencilla de la carga efectiva, pero la naturaleza detallada de las fuerzas de la electromigración es muy compleja. Una consideración realista requiere la consideración de la estructura de bandas de los metales, de los efectos de apantallamiento, del acoplamiento entre los defectos móviles y la red cristalina, todo esto en ambas condiciones, la de equilibrio y las de

no-equilibrio. Por otra parte, para átomos de la matriz y para átomos de impurezas en metales con empaquetamiento compacto, la situación es más complicada por la presencia de vacancias, que se requieren para todo movimiento por difusión. Esto ha despertado gran interés y se han producido gran cantidad de trabajos, entre los que se destaca el uso del método de pseudo potenciales para calcular las fuerzas de la EM [R. S. Sorbello, 1973. R. S. Sorbello, 1977]. La discusión de estos problemas, que en el mejor de los casos tratan sólo con los átomos de la red cristalina e ignoran el problema más complicado de las fuerzas en las fronteras de grano, está fuera del alcance de esta tesis.

En películas policristalinas, es necesario tomar en cuenta el transporte que sucede a través de "atajos", en su mayoría por las fronteras de grano. Para este propósito es necesario escribir una nueva ecuación para el flujo atómico, la cual es similar a la ecuación 2. Para una película con una superficie con textura granulada ideal, el flujo atómico se puede expresar como

$$J_b = N_b \frac{\delta}{d} \frac{D_b}{kT} Z_b^* eE \tag{3}$$

donde δ es el ancho efectivo de la frontera, es el tamaño de grano promedio, el subíndice *b* indica que son parámetros de la frontera de grano (*grain boundary* en inglés). La ecuación 3 se basa en la aceptación de que en todas las fronteras de grano el transporte ocurre por canales con características iguales. Para películas delgadas reales, la ecuación 3 se debe modificar, para tomar en cuanta la variación en los parámetros de transporte de las fronteras de grano individuales de dos

8

formas: primero, como función de sus propiedades estructurales intrínsecas, y segundo, como función de su orientación aleatoria. Asumiendo que la difusividad respectiva a las fronteras de grano puede aproximarse adecuadamente por un valor medio, en una muestra con una distribución aleatoria perfecta de la orientación de los granos la corrección geométrica es 0.6. Esto es aproximadamente igual al promedio del cuadrado del coseno de los ángulos de inclinación entre fronteras y la dirección del flujo de masa. Este factor de corrección puede ser válido sólo para películas relativamente gruesas, con tamaños de grano menores que el espesor. Por simplicidad, se asumirá que los parámetros de la frontera de grano en la ecuación 3 están siempre adecuadamente promediados, de tal modo la expresión de la ecuación no necesita ser cambiada.

El flujo por las fronteras de grano, dado por la ecuación 3, no está tan bien definido como el flujo por la red cristalina, dado por la ecuación 1, debido a la falta de precisión de los conocimientos disponibles acerca de los parámetros de las fronteras de grano, incluso si se asume que la difusividad y la carga efectiva para las fronteras de grano son conocidas. No se pueden adscribir valores precisos a N_b dada la ausencia de un entendimiento adecuado de las estructuras de las fronteras de grano. En los casos que se requiere, se asume usualmente se que δ vale 10 Å.

Para EM a través de la red cristalina, el flujo de átomos es directamente proporcional al flujo de portadores de carga. En cambio, para el transporte a través de las fronteras de grano el problema se complica mucho más por las incertidumbres

9

relacionadas con las resistividades que son distintas en las fronteras de grano y en el "bulto" (del grano) y la forma en que estos factores afectan la densidad local de corriente en las fronteras de grano. Como resultado, el valor local del campo eléctrico E en una frontera puede diferir del promedio del total. Por lo tanto, aunque se mida experimentalmente J_b y quizá también D_b , permanece aún una considerable incertidumbre en los valores de Z_b^* que se calculen de la ecuación 3.

Para la mayoría de los materiales policristalinos, como los semiconductores en película delgada, el flujo atómico total es la suma de los términos dados por las ecuaciones 1 y 2, para transporte a través de la red cristalina y las fronteras de grano respectivamente. Es posible considerar también otras rutas de transporte, tales como dislocaciones y la superficie, de cualquier forma, en la mayoría de las películas delgadas, el transporte por las fronteras de grano es dominante. A 175 °C, la relación J_b/j_1 se estima que es de 10⁶ para electromigración de átomos de aluminio en películas de aluminio. Por lo tanto, para propósitos prácticos en los que se considere el fenómeno de EM en películas delgadas, se debe despreciar el mecanismo de difusión a través de la red cristalina y poner atención exclusivamente a el transporte a través de las fronteras de grano.

II.1.2.2 Divergencia del flujo.

En el caso ideal en el cual los gradientes de temperatura se pueden eliminar, la EM no puede producir acumulación o vaciamiento de material en un conductor homogéneo, aunque haya variaciones en la sección transversal del conductor. La formación de estructuras superficiales por EM requiere que existan fuentes específicas de divergencia en el flujo migratorio de iones. Para analizar este problema, considérese la siguiente ecuación de continuidad, donde por simplicidad solo se considera el transporte a través de las fronteras de grano:

$$\frac{dN_b}{dt} = -\nabla \cdot J_b + \frac{N_b - N_b^0}{\tau} \tag{4}$$

Donde τ es el tiempo de vida promedio del defecto en movimiento a través de las fronteras de grano, N_b y N_b^0 son las concentraciones de defectos instantánea y de equilibrio respectivamente. La ecuación 4 indica que la concentración local de defectos depende de dos cosas: la divergencia del flujo y del tiempo de vida promedio de los defectos. Cuando dNb/dt=0, se puede llamar situación de estado estable, esta condición se logra cuando la súper saturación de defectos es proporcional a la divergencia del flujo. Si se incluye el término de difusión, debido a gradientes de concentración, la ecuación 3 se puede rescribir de la siguiente forma:

$$J_b = \frac{\delta D_b}{d} \left(-\nabla N_b + \frac{N_b}{kT} Z_b^* eE \right)$$
(5)

y su divergencia es:

$$\nabla \cdot J_b = \frac{\delta D_b}{d} \left[-\nabla^2 N_b + \frac{N_b}{kT} Z_b^* eE\left(\frac{\nabla N_b}{N_b} + \frac{\nabla Z_b^*}{Z_b^*} - \frac{\nabla T}{T}\right) \right] + \left(\frac{\nabla D_b}{D_b} - \frac{\nabla d}{d}\right) J_b \tag{6}$$

Las discontinuidades en el valor de flujo atómico j_b pueden ser causadas por gradientes en distintos factores como: la concentración de defectos, la temperatura, la carga efectiva, el coeficiente de difusión y en el tamaño de grano. Muchos de estos

factores, en particular los dos últimos, son específicos de películas policristalinas y en EM en bulto pueden ser ignorados. En películas delgadas se requiere un balance adecuado de las contribuciones de cada uno para lograr una divergencia del flujo tendiente a cero, en la ecuación 6.

La mayoría de los factores que contribuyen a la falta de homogeneidad en el flujo atómico se relaciona con la micro estructura de la película delgada. Por otra parte, los gradientes de temperatura tienden a ser minimizados por la conductividad térmica de las películas en si y en combinación con la disipación de calor hacia el sustrato. Por lo tanto, los gradientes de temperatura se pueden considerar casi inexistentes a lo largo del conductor, aunque pueden tener cierta importancia en los extremos del conductor donde se conectan las terminales que tienen sección transversal mayor. De cualquier manera, las fallas provocadas por gradientes de temperatura generalmente se localizan a los extremos y pueden ser observadas también en cualquier condición en la que el calor producido por efecto joule, no pueda ser disipado adecuadamente, esto puede suceder en películas relativamente gruesas.

II.1.2.3 Distribución de la temperatura y aglomeración de corriente.

La alta capacidad de acarreo de corriente de los conductores en película delgada es resultado de la efectiva transferencia de calor en la interfase entre la película y el sustrato. El estudio de la EM en películas delgadas requiere que la distribución de temperaturas a lo largo del conductor sea conocida. Hasta hace poco tiempo, el efecto del enfriamiento en la interfase no ha sido discutido a fondo en la literatura. Del mismo modo, el problema de la aglomeración de corriente ha sido relativamente ignorado. De cualquier forma, la aglomeración de corriente es importante cuando se consideran efectos térmicos en análisis de fallas en conductores, ya que existe un efecto combinado del incremento de la densidad de corriente y un subsecuente incremento en la temperatura local.

El problema del flujo de calor fue formulado por primera vez, para un conductor con cambios localizados de las dimensiones de la sección transversal [D. W. Jepsen,1968]. Debido a que la geometría de la muestra es variante, los resultados se obtuvieron en forma de integral por lo cual tienen que ser evaluados numéricamente. Posteriormente, se obtuvieron soluciones detalladas incluyendo las variaciones de la temperatura con el tiempo, para un conductor uniforme [Y. S Haung y L. Haung, 1976]. Por simplicidad, solo se considerará el estado estable, puesto que se observó que este se alcanza en un periodo de 10⁻³ seg.

Considérese el caso ideal de un conductor uniforme con espesor L y longitud *l*. La ecuación de flujo de calor a resolver para el estado estable tiene la forma:

$$K\frac{d^{2}T}{dx^{2}} - j\mu\frac{dT}{dx} + j^{2}\rho - \frac{H}{L}(T - T_{0}) = 0$$
(7)

Donde K es la conductividad térmica de la película y μ es el coeficiente de Thomson. El término H(T-T₀)/L representa la perdida de calor a través de la interfase

13

película-sustrato, la cual se asume que es proporcional a la diferencia entre las temperaturas de la película (T) y la del sustrato (T_0) , en esta expresión H es el coeficiente de transferencia de calor. La forma lineal de la transferencia de calor permite obtener una solución analítica. Por conveniencia, el término debido al efecto Thomson se desprecia. Para $T=T_0$ en $x=\pm l/2$, la distribución de temperatura esta dada por la siguiente solución.

$$T - T_0 = \frac{j^2 \rho_0}{\frac{H}{L} - j^2 \rho_0 \alpha} \left[1 - \frac{\cosh(ax/2)}{\cosh(al/2)} \right]$$
(8)

Donde

$$a = \left[\left(\frac{H}{L} - j^2 \rho_0 \alpha \right) K \right]^{\frac{1}{2}}$$
(9)

y α es el coeficiente de temperatura de la resistividad eléctrica, se define de acuerdo con $\rho = \rho_0 [1 + \alpha (T - T_0)].$

Bajo condiciones de prueba normales, el término de enfriamiento interfacial en la ecuación 7 es casi igual al calentamiento por efecto Joule. De lo contrario, la película delgada conductora no es capaz de sostener densidades de corriente mayores a aquellas que soportan los conductores en bulto. Dada la igualdad de estos términos en la ecuación 7, el incremento promedio de la temperatura de la película delgada puede ser estimado si H es conocida. Incluso desconociendo H, se puede observar que la temperatura varía aproximadamente como j^2 . es importante tomar en cuenta que el valor de H usualmente es suficientemente grande como para asegurar que la temperatura en la película delgada sea constante a lo largo del conductor, con la excepción de los extremos donde las terminales tienen mayor sección transversal.

La introducción de defectos geométricos en un conductor uniforme tiene dos efectos en la densidad de corriente. El primero es un incremento en la densidad de corriente promedio, la cual es inversamente proporcional a la sección transversal que quedo en el conductor. El segundo es la aglomeración de corriente, que causa un incremento mayor al valor promedio en la densidad de corriente en las vecindades del defecto. En la vecindad de un hoyo hemisférico, a ambos lados con respecto al flujo de corriente, se ha mostrado que la densidad de corriente es el doble de la densidad promedio. La magnitud de este efecto aumenta a medida que el tamaño del defecto se vuelve comparable con las dimensiones de la sección transversal del conductor.

II.2 Microscopía de Fuerza Atómica

II.2.1 Introducción

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM por sus siglas en inglés) es uno de los miembros de la familia de microscopios llamados "microscopios de barrido por sonda". En el sentido más general, estos microscopios proporcionan información acerca de las propiedades superficiales de los materiales al recorrer o "barrer" la superficie con una pequeña sonda o punta. La información acerca de la interacción de la sonda con la

superficie, es transmitida por medio de una Unidad de Interfase Electrónica, a una computadora en donde se genera una imagen digital de la superficie.

El primer instrumento de este tipo es el microscopio electrónico de barrido por efecto túnel (STM por sus siglas en inglés), que fue inventado a principios de los ochentas. En el STM, se acerca una punta metálica afilada a algunos ángstroms de distancia de la superficie, que debe ser conductora o semiconductora, para que al aplicar un voltaje a la muestra fluya una corriente entre la punta y la superficie. Esta es llamada corriente de efecto túnel y varía exponencialmente con la distancia. La topografía de la superficie se obtiene barriendo la punta sobre la superficie en líneas paralelas mientras se mantiene la corriente constante.

El AFM fue desarrollado años después que el STM [Binning *et al*, 1986]. A diferencia del STM, la superficie a estudiar por AFM no necesita ser conductora. En este la superficie se barre con una sonda, que puede tocar la superficie o estar a unos pocos ángstroms. La interacción entre la punta y la muestra se utiliza para generar una imagen de la topografía de la superficie.

Las fuerzas generadas en un AFM son varios órdenes de magnitud más pequeñas que en un anterior dispositivo de rastreo de superficies llamado "perfilómetro", aunque mucha de la historia de las patentes en el ramo se remonta a los perfilómetros. En un AFM la fuerza de contacto entre la punta y la superficie es del orden de 1×10^{-9} Newton, en tanto que en un perfilómetro esta misma fuerza es del orden 1×10^{-6} Newton. El resultado neto es

que mientras la perfilometría a menudo daña la muestra, debido a las grandes fuerzas de contacto con la superficie, el AFM informa sobre la topografía de la superficie con mucha mejor resolución espacial, dejando al mismo tiempo la superficie intacta.

La parte más delicada en el diseño del AFM es la ménsula elástica, ya que debe tener alta sensibilidad y a la vez ser inmune al ruido, por lo tanto se requiere una ménsula suave y con frecuencia de resonancia lo mas alta posible

$$\omega_0 = \left(\frac{c}{m}\right)^{\frac{1}{2}} \tag{10}$$

de la ecuación 10 donde ω_0 es la frecuencia de resonancia, **c** es la constante y **m** es la masa del resorte, se puede deducir que la única posibilidad de lograr dichas propiedades es minimizando la masa de la ménsula, es decir, sus dimensiones deben de ser muy reducidas.

II.2.2 Modos de Operación de AFM.

AFM tiene tres modos de operación, estos están relacionados con el tipo de fuerza que se usa para obtener la topografía de la muestra, estos son: Modo de contacto, modo de no contacto y modo de contacto intermitente. A continuación se da una breve descripción de cada uno.

II.2.2.1 Modo de Contacto.

Para operar el AFM en modo de contacto, es necesario acercar la punta tanto como para que las fuerzas de interacción provoquen una deflexión cuasi-estática de la ménsula, de acuerdo con la ley de Hooke:

$$F = -cx \tag{11}$$

En el modo de contacto se puede hacer el barrido (x, y) de dos formas, estas son:

- 1. Barrido a fuerza constante: en este modo de barrido, el piezomotor z sube y baja la punta de tal forma que se mantenga una deflexión constante en ella y de acuerdo con la ley de Hooke, ecuación 11, la fuerza ejercida sobre la superficie también es constante. En este modo la imagen se crea con los valores del voltaje aplicado al piezomotor z como función de la posición sobre el plano, $V_z(x,y)$. Este método se usa para áreas grandes en las que la topografía puede cambiar varios micrones de un punto a otro.
- 2. Barrido a deflexión variable: En este modo se efectúa el barrido sobre el plano (x,y) permitiendo que la deflexión de la ménsula varíe con la posición, es decir, la deflexión de la ménsula sigue la topografía de la superficie y la imagen se forma con el voltaje de salida del detector de posición de la punta (V_d) como función de la posición en el plano, V_d(x,y).Este método es mas conveniente para áreas de barrido pequeñas en las que las estructuras en la superficie no sean muy prominentes.

II.2.2.2 Modo de no-contacto.

Cuando la separación entre la superficie y la punta es de 10 a 100 nm, solo existe interacción con las fuerzas de largo alcance como las de Van der Waals (VDW), las electrostáticas y las de dipolos magnéticos. La magnitud de estas fuerzas es considerablemente más pequeña que la de las fuerzas interatómicas de corto alcance que actúan en el modo de contacto, por lo tanto se requieren métodos de detección diferentes; En lugar de medir la deflexión de la ménsula, esta se hace vibrar a una frecuencia cercana a su frecuencia de resonancia y después se mide el cambio en la frecuencia de oscilación que es causado por la interacción de las fuerzas entre la punta y la superficie.

Este método de detección es sensible a gradientes de fuerza mas que a fuerzas en si. Puesto que la presencia de un gradiente de fuerza $F' = \partial F_z / \partial z$ modifica la constante efectiva (c_{eff}) del resorte como sigue

$$c_{eff} = c - F' \tag{12}$$

donde **c** es la constante del resorte sin interactuar con la superficie. De acuerdo con la ecuación 12, una fuerza atractiva (F'>0) reduce la constante efectiva del resorte ($c_{eff} < c$), en cambio, una fuerza repulsiva (F'<0) incrementa la constante efectiva del resorte ($c_{eff} < c$). A su vez, el cambio en la constante efectiva del resorte modifica la frecuencia de resonancia de la ménsula de acuerdo con:

$$\omega = \left(\frac{c_{eff}}{m}\right)^{\frac{1}{2}} = \left[\frac{(c-F')}{m}\right]^{\frac{1}{2}} = \left(\frac{c}{m}\right)^{\frac{1}{2}} \left(1 - \frac{F'}{c}\right)^{\frac{1}{2}}$$
(13)

$$\omega = \omega_0 \left(1 - \frac{F'}{c} \right)^{\frac{1}{2}}$$
(14)

donde **m** es la masa efectiva y ω_0 es la frecuencia de resonancia de la ménsula en ausencia de un gradiente de fuerza. Si F' es pequeña en relación con c, entonces la ecuación 14 se puede aproximar como

$$\omega \approx \omega_0 \left(1 - \frac{F'}{2c} \right) \tag{15}$$

y por lo tanto

$$\Delta \omega = \omega - \omega_0 \approx -\frac{F'}{2c} \tag{16}$$

De acuerdo con las ecuación 16, una fuerza atractiva (F'>0) disminuirá la frecuencia de resonancia ($\omega < \omega_0$), en cambio, una fuerza repulsiva (F'< 0) incrementará la frecuencia de resonancia ($\omega > \omega_0$). La medición de estos cambios de frecuencia se realiza en la unidad de interfaz electrónica del microscopio y después se transfiere a la computadora para formar la imagen.

II.2.2.3 Modo de contacto intermitente (Tapping ® o WaveMode®)

Esta técnica pertenece a las así llamadas de corriente alterna (AC), al igual que la de no-contacto, debido a que en ambas la ménsula oscila, figura 1, pero en esta la

amplitud de oscilación es mayor (de 10 a 100 nm) que la del modo de no-contacto, de tal forma la punta "toca" la muestra solo en la parte mas baja de cada ciclo de oscilación.



Figura 1 - Diagrama esquemático de la operación de AFM en modo de contacto intermitente.

Este modo presenta ventajas sobre el modo de no-contacto ya que el intervalo de amplitudes de oscilación en el que opera es mayor que la capa de fluidos superficiales, gracias a esto, la punta no se pega y queda atrapada en la superficie. También reduce el daño por fricción y la distorsión, puesto que la punta "toca" la muestra por un tiempo muy breve; solo en la parte mas baja de cada periodo de oscilación.

II.2.3 Interacciones entre la punta y la muestra.

Entre la punta y la muestra existen interacciones de distinta naturaleza, a medida que la punta se acerca a la superficie (10 μ m.) interactúa con distintas fuerzas y cada una de

estas se puede usar para obtener información de la muestra, en la figura 2 se muestra una grafica con el alcance y la naturaleza de cada una.



Figura 2. – Grafica de los distintos tipos de interacción que existen entre la punta y la muestra como función de la distancia de separación.

Capa de fluidos.

Esta capa se detecta solo con puntas oscilatorias, pues el efecto de amortiguamiento es exclusivo de los modos que operan con puntas oscilatorias. Cuando la punta se hace oscilar a una distancia de 10 micrones de la superficie, la capa de aire, que existe en cualquier superficie que este expuesta al ambiente, actúa como amortiguador, pues en cada bajada de la punta el aire se aplasta e inversamente, a medida que la punta sube se
genera un vació parcial. Este efecto de bombeo amortigua la punta y puede conducir a un "falso enlace" entre la punta y la superficie.

Fuerzas electrostáticas.

La región de interacción con las fuerzas electrostáticas se encuentra a una distancia de la superficie entre 0.1 y 1 µm, estas fuerzas pueden ser atractivas o repulsivas y varían de un material a otro, por ejemplo, en materiales aislantes o de baja conductividad como el Nitruro Silicio las fuerzas electrostáticas son grandes, en cambio, en conductores como el oro las fuerzas electrostáticas son pequeñas. Estas fuerzas se usan para obtener imágenes de las propiedades electrostáticas de un material, a esta técnica se le conoce como microscopía de fuerza electrostática (EFM por sus siglas en inglés).

Fuerzas de tensión superficial.

La presencia de vapor de agua en la superficie produce efectos de tensión superficial. La tensión superficial es una fuerza atractiva y jala la punta hacia la superficie con suficiente fuerza como para "pinchar" algunos materiales. Este fenómeno se presenta a distancias de 10 a 200 nm sobre la superficie y depende de la cantidad de agua presente en la superficie.

Fuerzas de Van der Waals.

Las fuerzas de Van der Waals causan un efecto de atracción entre los átomos de la punta y los de la superficie, esto sucede a solo algunos ángstrom de la superficie, estas fuerzas se pueden usar en el modo de no-contacto para observar al vacío muestras neutras y no magnéticas.

Fuerzas Coulómbicas.

Estas son las fuerzas que se usan en el modo de contacto, para definir la idea de "contacto" se dice que: La punta y la superficie están en contacto cuando sus respectivos átomos han encontrado las fuerzas coulómbicas del otro. A esta escala, las corazas electrónicas de la punta y la muestra se repelen entre si, evitando la penetración de un material en el otro. La presión ejercida provoca la deformación mecánica de une o ambos materiales.

II.2.4 Detección de la deflexión de la ménsula.

Esta parte del diseño de un AFM es muy delicada y para este fin se han desarrollado una gran cantidad de técnicas, aquí solo comentaremos la mas común, que es la que usa el microscopio utilizado en esta investigación.

Detección por Deflexión de Láser

En este método de detección se alinea un haz láser con el espejo que se encuentra en la parte posterior de la ménsula (así se fabrica) y se usa un fotodetector que es sensible a la posición del láser para monitorear el movimiento de la punta. Este es el método de detección mas sencillo. En la figura 3 se muestra un esquema de un AFM con este sistema.



Figura 3.- Esquema de un AFM con detección por láser. [Imagen tomada de Atomic force Microscopy/Scanning Tunneling]

II.3 Microscopía Electrónica de Barrido.

El microscopio electrónico de barrido (que se abreviará SEM por sus siglas en inglés) es un instrumento con la cual se obtienen imágenes microscópicas, micrografías, de la superficie de la muestra, Esta herramienta se distingue por su resolución y excelente profundidad de campo, áreas en las cuales el microscopio óptico es realmente pobre.

II.3.1 Funcionamiento del SEM

Las imágenes de SEM se forman al enfocar un haz de electrones sobre un punto muy fino en la superficie, la interacción del haz con la superficie libera electrones secundarios, los cuales se colectan con un detector Evrhart-Thornley, cuya función es convertir los electrones secundarios en luz visible. Debido a que los electrones secundarios tienen energías muy bajas pueden ser deflectados fácilmente en ángulos muy grandes, de tal forma que el detector capta la mayoría de estos al salir de la superficie, esto se puede apreciar en la figura 4.

La cantidad de electrones secundarios que se liberan depende principalmente de la topografía de la superficie, como se aprecia en la figura 5, aunque el SEM también es sensible a cambios en la composición de la muestra. En un SEM las imágenes se generan con la señal del detector mientras se hace el barrido (x, y) con el haz de electrones sobre la superficie, esta imagen contiene la topografía de la muestra.



Figura 4.- Esquema de la operación de SEM, en la cual se aprecia el origen de distintos tipos de electrones secundarios (ES) que llegan al detector. En la muestra, los electrones retro dispersados (ERD) se encuentran a mayor profundidad por lo tanto requieren mayor energía que los secundarios para escapar del sólido.

Para este tipo de microscopio las muestras no requieren preparación, a menos que sean aislantes, en cuyo caso es necesario cubrir la muestra con una capa delgada conductora, usualmente de oro, que tiene un excelente rango de emisión de electrones secundarios.



Figura 5.- Ilustración del proceso de generación de electrones secundarios en distintas regiones de la muestra.

Capitulo III: Desarrollo experimental

Las muestras que se analizaron en este trabajo son películas delgadas de oro como las de la imagen 6, a las cuales se aplicó densidades de corriente directa (CD) de hasta de 1.6×10^6 A cm⁻², con la finalidad de inducir modificaciones en la morfología de la superficie por el fenómeno de EM.

III.1 Diseño de los experimentos

Para el sistema de la figura 6a se proponen los siguientes parámetros como determinantes para el fenómeno de EM en la película delgada, por las siguientes razones:



Figura 6.- Ilustración de una muestra de las que se fabricaron en este trabajo, a) Esquema no a escala de una muestra. b) Fotografía de un sustrato con 5 muestras de 2mm x 2mm.

Espesor de la película: este factor determina la sección transversal de la película y por lo tanto la resistencia eléctrica de esta.

$$R = \frac{\rho L}{A} \tag{17}$$

Donde R es la resistencia eléctrica, ρ es la resistividad del material, A es la sección transversal, L es la longitud de la película y si esta cubre un área cuadrada, entonces L también es el ancho y como A = t L tendremos que

$$R = \frac{\rho}{t} \tag{18}$$

donde t es el espesor.

<u>Área que cubre la película</u>: al igual que el espesor este parámetro afecta la sección transversal y la resistencia eléctrica del la película, pero lo que lo hace critico es que esta área es la sección transversal que determina la velocidad de transferencia de calor entre la película metálica y el sustrato. Esto se aprecia fácilmente en la ecuación de flujo de calor.

$$q = \frac{Q}{A} \tag{19}$$

donde q es el flujo de calor, Q es la velocidad de transferencia de calor y A es la sección transversal.

<u>Corriente aplicada</u>: este parámetro es directamente proporcional a la energía suministrada al sistema, como lo muestra la ecuación 20.

$$P = VI = \left[W\right] = \left[\frac{J}{s}\right] \tag{20}$$

Donde P es la potencia disipada por el sistema, I es la corriente y V es el potencial aplicado.

<u>Tiempo de exposición a la corriente</u>: este parámetro es directamente proporcional a la cantidad de calor generado por efecto joule en la película (ecuación 20), y también es proporcional a la cantidad de calor disipado por la película hacia el sustrato y el aire, ecuación 21, en la cual se ilustran las unidades de la conductividad térmica k, de los materiales que se despejo de ley de Fourier de transferencia de calor en una dimensión.

$$k = -\frac{Q}{A}\frac{dx}{dT} = \left[\frac{W}{m^{\circ}C}\right] = \left[\frac{J}{m^{\circ}Cs}\right]$$
(21)

donde Q es el calor, A es el área de sección transversal, x es la distancia de difusión y T es la temperatura.

Para los parámetros de área superficial y magnitud de la corriente aplicada no se diseñaron experimentos, pero se controlo el área superficial de la película al tiempo de fabricarla, así mismo, la magnitud de la corriente aplicada se mantuvo constante. De esta forma la respuesta del sistema se puede considerar no dependiente de estos parámetros. Para los parámetros de tiempo de exposición y espesor de la película se diseñaron un par de experimentos que probaran la respuesta del sistema a la variación de cada uno de ellos, tabla I; entiéndase por respuesta del sistema a la variación de la morfología de la superficie por el fenómeno de la EM.

Tabla I. Tabla de experimentos, en esta se muestra cada uno de las variables que se usaron para el experimento.

Experimento	Variable a probar	
1	Espesor de la película	
2	Tiempo de exposición a EM	

III.1.1 Experimento 1.

Para realizar este experimento se fabricaron una serie de películas delgadas de oro con los espesores que aparecen en la tabla II, estas películas cubrían superficies de 2x2 mm y a cada una se le hizo circular una densidad de corriente de 1.6×10^6 Acm-² por 300 segundos. La finalidad de este experimento fue explorar el efecto del espesor de la película sobre la morfología de la superficie después de la EM. Así como para encontrar el espesor mínimo de conducción y el espesor máximo en el que el fenómeno de EM es apreciable.

Muestra	Espesor (nm)
1	2.5
2	4.5
3	13
4	25
5	50
6	80
7	100
8	150

Tabla II. Espesores de las películas que se fabricaron para el experimento 1

III.1.2 Experimento 2

Para realizar este experimento se evaporaron un serie de películas delgadas de oro con las siguientes dimensiones: 50 nm de espesor y área superficial de 2mm x 2 mm. A cada una se le hizo circular una densidad corriente de 1.6×10^6 Acm⁻² por distintos periodos de tiempo, tabla III, con este experimento se exploró el efecto del tiempo de exposición a corriente sobre la creación de perforaciones por el fenómeno de EM.

Tabla III.- Tiempos de exposición de cada muestra en el experimento 2.

Muestra	Tiempo (seg.)
1	120
2	200
3	240
4	300
5	360
6	600
7	960

III.2 Preparación de las muestras.

La preparación de las muestras se llevo a cabo en dos fases, la primera es el proceso de fabricación de las películas delgadas y la segunda es la parte donde se indujo el fenómeno de EM para modificar la superficie de las películas.

III.2.1 Fabricación de las películas delgadas de oro.

El primer paso en el proceso de fabricación de una película delgada es la preparación del sustrato; las películas se depositaron sobre cubre-objetos de vidrio marca Cornell de 22x30x0.17mm, los cuales fueron sometidos al siguiente proceso de limpieza:

- 1. Lavado ultrasónico (US) durante 10 minutos en micro jabón (marca x).
- 2. Lavado US durante 10 minutos en una mezcla de alcohol etílico (10 %) y acetona (90%).
- 3. Secado con aire caliente y almacenamiento en recipientes limpios.

Esta receta de limpieza es la que se usa comúnmente en los procesos de fabricación de películas delgadas [Jeeseong Hwang y M.A. Dubson, 1992]. La preparación del sustrato es una parte delicada del proceso ya que de esta depende la calidad de la película delgada.

El depósito de las películas se realizó por medio de la técnica de calentamiento resistivo (Apéndice B) en una cámara de vacío comercial marca

XIRON, a una presión base de deposito de 1x10-3 Pa (7.52 x10-6 torr). Como fuente de evaporación se uso un filamento de alambre de tungsteno de 0.5 mm de diámetro en forma de horquilla sobre el cual se colocaron trozos de alambre de oro de alta pureza (Godfellow Au 99.99+) de 0.2 mm de diámetro, de acuerdo con esas dimensiones se calculo y se midió que 1 cm de alambre pesa 6.5 mg.,por lo tanto si se conoce la distancia de la fuente al sustrato y se hace evaporar todo el material colocado en el filamento, entonces es posible hacer una estimación del espesor de la película. Por otra parte, para definir el área que cubriría la película se fabricaron mascarillas de aluminio (figura 7) que se colocaban sobre el sustrato durante la evaporación para exponer solo las partes que se deseaba cubrir.



Figura 7.-Esquema de las mascarillas que se usaron para fabricar las muestras. a) Mascarilla para depositar electrodos, 5 sobre un solo vidrio. b) Mascarilla para depositar la película delgada; esta mascarilla tiene perforaciones rectangulares (3LxL), de forma que la película se traslape con los electrodos y haga contacto eléctrico.

El deposito de los electrodos se realizo de la misma forma que el de la película delgada, de hecho, los electrodos son un par de películas delgadas de 100 nm de espesor que están separados una distancia L entre si.

III.2.2 Inducción de la Electromigración.

Esta parte del proceso de preparación de la muestra consiste en hacer circular una corriente eléctrica a través de la película delgada, para efectuar este proceso se realizaron las conexiones del diagrama de la figura 8 y se aplicó a cada muestra la cantidad de corriente que asegurara la densidad de corriente de 1.6×10^6 Acm⁻² de acuerdo con las dimensiones de la película. Del mismo modo, el tiempo de circulación de corriente también se controlo de acuerdo con el experimento.



Figura 8.-Esquema de las conexiones realizadas para efectuar el tratamiento térmico por efecto joule.

Para efectuar esta parte del proceso de preparación de las muestras se construyeron una fuente de corriente y un porta-muestras, de estos se describen algunos detalles de su funcionamiento.

Fuente de corriente

Es un circuito electrónico que se encarga de mantener una corriente constante (I) a través de sus terminales de salida, teniendo como entrada un potencial (V) constante sin importar la resistencia de la carga, en el apéndice C se puede ver el circuito electrónico y los parámetros de operación de esta.



Figura 9.-Esquema de la conexiones de la fuente de corriente a la muestra.

Porta-muestras

Es una artefacto que se diseño y se uso para conectar eléctricamente a la muestra. Debido a que el oro presenta poca adhesión al vidrio fue necesario usar almohadillas de grafito para evitar que los contactos de cobre rasgaran los electrodos de oro de la muestra y también para mejorar el contacto eléctrico, en la figura 10 se muestra un esquema del porta-muestras.



Figura 10.-Esquema del portamuestras

El circuito de la figura 11 es el equivalente eléctrico de nuestro sistema, es importante mencionar que la resistencia eléctrica del circuito cambia con la presión ejercida sobre las almohadillas de grafito — $R_{grafito}$ disminuye si la presión aumenta— debido a que es muy blando y se deforma con gran facilidad, pero dicha variación de la resistencia no afecta el experimento gracias a que la fuente de corriente mantiene una corriente constante a través del circuito sin importar su resistencia.



Figura 11.-Circuito eléctrico equivalente del sistema, las 3 resistencias en posición horizontal pertenecen a la muestra, en tanto que las verticales pertenecen al portamuestras. En este circuito no se toman en cuenta las resistencias de contacto óhmico que aparecen por la unión de materiales distintos, se consideran despreciables.

III.3 Análisis de las muestras.

III.3.1 Toma de imágenes.

Una vez que se hizo circular la corriente por la muestra y habiendo dado el tiempo suficiente para que se enfriara (bastan 5 minutos pues la masa total de la película es muy pequeña,10 μ g la mayor) se procedió a tomar imágenes de la superficie, estas se tomaron en un microscopio de fuerza atómica marca Quesant modelo Qscope 250® en el modo de contacto. Estas imágenes se obtuvieron de barridos de 5 μ m x 5 μ m, 1 μ m x 1 μ m y 300nm x 300 nm sobre la superficie, la resolución de que se uso fue de 400x400 píxeles, en la figura 12 se muestra una fotografía del AFM en operación.



Figura 12-Fotografía de la cabeza del microscopio AFM Quesant Qscope 250. a) imagen de vista superior de la punta del microscopio. b) imagen de la cabeza al momento de tomar una imagen.

Como procesamiento estándar, a cada imagen se le efectuó la operación llamada sustracción de la inclinación (*tilt removal* en inglés), que es un procedimiento matemático que ejecuta el programa del microscopio para ajustar la imagen a un plano. Es necesario efectuar lo anterior, pues en ocasiones el microscopio introduce ruido en las imágenes o la muestra en si, esta inclinada, además de que se sabe que la superficie de vidrio es plana a la escala de la imágenes tomadas.

III.3.2 Análisis de las Imágenes.

Este análisis consistió en cuantificar las características de la imagen digital, estas son:

- 1. Altura promedio, es la altura promedio del plano al que se ajustó la superficie.
- Desviación media (Ra): Haciendo la misma consideración que para el punto anterior, este valor es la desviación estándar del plano al que se ajusto la imagen.
- 3. Asimetría o Sesgo: (*Skewness* en inglés) es un valor adimensional que representa la asimetría de la distribución respecto a un valor central, en una distribución normal este valor es cero, si es positivo existe una cola a la derecha y si es negativo la cola esta hacia la izquierda. De este valor se puede inferir si una superficie tiene perforaciones (valor negativo) o tiene protuberancias (valor positivo).

41

Capitulo IV: Resultados y Discusión

IV.1 Estudio de la superficie de películas delgadas de oro sobre vidrio.

IV.1.1 Características generales

El estudio de las propiedades estructurales y de la morfología de películas delgadas de oro depositadas sobre vidrio tiene su origen en las primeras décadas del siglo XX. En ese entonces se analizaron las propiedades cristalinas de estos sistemas aplicando la técnica de análisis de rayos X para polvos [Kahaler,1921]. Con el desarrollo de las técnicas de microscopía electrónica y las modernas técnicas de microscopia de barrido con sonda se ha incrementado la capacidad para realizar este tipo de análisis con mas detalle y precisión [K. L. Tai *et al*, 1969. Jeeseon Hwang y M. A. Dubson, 1992. K. L. Ekinci y J. M. Valles,1998].

Una características muy importante del sistema de película delgada de oro sobre vidrio es que el oro presenta baja adhesión al vidrio [K. L. Ekinci y J. M. Valles,1998], por esta razón las muestras son extremadamente delicadas.

El análisis de la superficie de estas películas por medio de AFM arrojó los siguientes resultados:

- Se observa que las películas empiezan a ser continuas a partir de espesores de 25 nm.
- Las películas que son continuas están formadas por apilamiento de granos con tamaño promedio de 30 nm.
- 3. La morfología de los granos no presenta facetas o superficies con arreglos cristalinos; mas bien son amorfos.

Las características anteriores se pueden observar en la imagen de la figura

13.



Figura 13.- Imagen de la superficie de una película de oro. a) imagen tomada con AFM de un área de 300 x 300 nm, b) Imagen de SEM a una a una amplificación mayor. El espesor de esta es de 100 nm y el tamaño de grano promedio es de 30 nm.

43

IV.1.2 Rugosidad y Tamaño de grano.

El análisis de estos parámetros se realizó a las muestras con espesores desde 2.5 nm hasta la de 150 nm, encontrando que la rugosidad incrementa casi linealmente con el espesor de la película, figura 14, en tanto que el tamaño de grano se estabiliza y se mantiene en un promedio de 30 nm a partir de los 25 nm de espesor, que es cuando la película se hace continua, figura 15.



Figura 14.- Gráfica de Rugosidad vs. Espesor de las muestras que se fabricaron para este trabajo. En esta se aprecia un incremento lineal de la rugosidad media con el espesor de la muestra.



Figura 15.- Gráfica del tamaño de grano promedio vs. espesor de las muestras analizadas en este trabajo de investigación, el tamaño de grano promedio se mantiene mas o menos constante (30 nm) una vez que la película se hace continua.

El tamaño de grano se obtuvo de la siguiente forma: Primero se toma una imagen de una área conocida y se cuentan los granos en dicha imagen. Después se divide el área de la imagen entre la cantidad de granos. Este método se uso en el trabajo de Jeeseong Hwang y M. A. Dubson en 1992 obteniendo resultados similares para películas con las mismas características que las analizadas en este trabajo.

IV.2 Resultados del Experimento 1

Este experimento consistió en aplicar una densidad de corriente constante $(1.6 \times 10^6 \text{ A/cm}^2)$ a muestras de 50 nm de espesor y área de 2 mm x 2 mm por periodos de tiempo que van desde 60 hasta 960 segundos. De este experimento se obtuvieron los siguientes resultados:

 La rugosidad media (R_a) aumenta en muestras expuestas por periodos mas largos, figura 16.



Figura 16.- Variación de la rugosidad media (Ra) con el tiempo de exposición a flujo de corriente, Aquí se puede ver que la rugosidad aumenta con el tiempo de exposición.

2. En muestras expuestas por mayor tiempo, el tamaño de grano promedio se incrementa ,de 30 nm el valor nominal en películas no expuestas, hasta 80 nm aproximadamente en la película expuesta por 960 seg., figura 17.



Figura 17.- Imágenes de AFM de los tamaños de grano de: a) Una película delgada de oro normal, b)Una película delgada expuesta a 960 segundos de flujo de corriente (800 mA). El tamaño de grano se incremento de 30 nm a 80 en la película expuesta.

3. Para tiempos de exposición mayores que 300 seg. se aprecia la aparición de hoyos nanométricos en la superficie, figura 18, y en la estadística de las imágenes también existe un incremento en la asimetría (*skewness* en inglés) de los histogramas de altura, figura 19. Esto indica la aparición de hendiduras en la superficie.



Figura 18.- Imágenes de AFM de la topografía de la superficie de las películas delgadas expuestas una densidad de corriente de 1.6×10^6 A/ cm². a) y b) pertenecen a una misma muestra, pero la imagen b) se tomo después de 960 seg. de fluir dicha densidad de corriente. c) y d) pertenecen a otra muestra pero la imagen d) se tomó después de 600 segundos de flujo. En las imágenes b) y d) se observa la aparición de huecos causados por electromigración.



Figura 19.- Grafica de la asimetría (*skewness* en ingles) de los histogramas de las imágenes de las muestras analizadas en este experimento. Se puede apreciar que a mayores tiempos de exposición las distribuciones se hacen mas asimétricas hacia el lado negativo, esto indica que están apareciendo perforaciones en la superficie de las muestras.

IV.3 Resultados Experimento 2.

El experimento consistió en aplicar una densidad de corriente de $1.6 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$ a través de distintas muestras, cuyos espesores eran de 5, 10, 25, 50, 80, 100 y 150 nm. De este experimento obtuvieron los siguientes resultados.

1. Las películas de 5 y 10 nm presentan resistencia eléctrica elevada (> 1 M Ω) por lo cual no fue posible hacer circular corriente a través de ellas. Una imagen de la película de 10 nm se muestra en la figura 20.



Figura 20.- Imagen tomada con MFA de la superficie de una de las muestras de 10 nm de espesor, aquí se aprecia que la película no es continua sino que esta formada por cúmulos, por esta razón las películas presentan alta resistencia eléctrica.

 Las películas de 25, 50 y 80 nm presentaron modificaciones en sus superficies, tales como la aparición de perforaciones, figura 21, además de la modificación del tamaño de grano de la que se hablo en los resultados del experimento 1.



Figura 21.- Imágenes de MFA de la superficie las muestras con espesores de: a) 25 nm, b)50 nm y c) 80 nm. Aquí se puede apreciar que en las películas de 25 y 50 nm existen perforaciones, y el tamaño de estas es mayor en la de 25 nm que en la de 50 nm, en tanto que en la película de 80 nm solo se observa un agrietamiento de la superficie.

51

BIBLIOTECA

Las muestras con espesores mayores (100 y 150 nm) no presentaron perforaciones, esto se debió a que la gran cantidad de energía térmica que se transfiere al sustrato provoca que este se rompa (figura 22), pero al aplicar densidades de corriente menores se pudo apreciar un ligero suavizado de las estructuras en la superficie, que ya se ha reportado que ocurre en películas que se exponen por largos periodos a flujo de corriente [Oliva *et al*, 1998].



Figura 22.- Fotografía de una de las muestras de 150 nm que se fracturó al intentar aplicarle la densidad de corriente que requería el experimento $(1.6 \times 10^6 \text{ A/cm}^2)$.

IV.4 Otras Observaciones

IV.4.1 Evidencia macroscópica de transporte de masa durante la EM.

Se encontró evidencia visible por microscopia óptica del transporte de masa en los extremos de la película delgada, donde se une a los electrodos. Observándose acumulación de material en el lado del electrodo negativo, en tanto que el lado del electrodo positivo se observa sin alteraciones aparentes, figura 23.

Existe una aparente contradicción en el hecho de que haya una acumulación de material en el lado del cátodo, siendo el flujo de masa en la dirección opuesta, es decir hacia el ánodo. La explicación de esto se puede visualizar haciendo una analogía con un fluido en una tubería; cuando el fluido pasa de un tubo con sección transversal mayor a uno de menor sección, existe un incremento en la presión, del mismo modo, en la transición opuesta la presión disminuye. Esto puede explicar acumulación de masas en la región de transición del electrodo del cátodo a la película delgada, ya que en esta zona el espesor del conductor se reduce aproximadamente 3 veces (de 150 nm a 50nm de espesor), y debido a que el medio es deformable, el resultado es la aparición de islas de diferentes tamaños como las que se aprecian en la figura 23a.



Figura 23.- Imágenes de microscopio óptico de una de las muestras expuestas a $1.6 \times 10^6 \text{ A/cm}^2$ por 600 seg. estas imágenes se obtuvieron de la región de traslape de la película delgada con el electrodo. a) imagen del traslape con el electrodo del cátodo. b) imagen del traslape con el electrodo del ánodo. c) Un esquema del fenómeno en una vista lateral del sistema. En este se señalan las regiones de traslape como zonas de alta presión (ánodo) y baja presión (cátodo).



Con AFM se analizó una identación¹ creada sobre la superficie de una muestra de 50 nm de espesor, esta estructura mide aproximadamente 700 nm de diámetro, (figura 24). Después se hizo circular una densidad de corriente de 1.2×10^6 A/cm² a través de la película por 300 segundos, primero en sentido de dirección de izquierda a derecha y 15 horas después en la dirección opuesta, observándose las siguientes modificaciones en la forma de esta estructura.



Figura 24.- Imagen de MFA de la identación creada en una de las muestras. a) la identación como se fabrico; intacta. b) imagen de la misma estructura superficial después de aplicar una densidad de corriente de 1.2×10^{6} A/cm² por 300 segundos en el sentido de la flecha en la imagen. c) la misma identación, pero después de aplicar la misma densidad de corriente en sentido contrario. Se puede apreciar en estas imágenes que el flujo de masa sugue la dirección y sentido del flujo de electrones (que es opuesta a la dirección de la corriente convencional).

En la imagen de la figura 24b se observa que la forma original de esta estructura superficial se deforma al hacer circular corriente a través de la muestra, se aprecia que el desplazamiento de material es en el mismo sentido del flujo de electrones, esto se confirma en la imagen de la figura 24c, en la cual se invirtió el sentido de la corriente, observándose que el flujo de masa también cambia de sentido.

Capitulo V: Conclusiones.

De acuerdo con las observaciones realizadas en este estudio experimental, en el cual se analizó la superficie de películas delgadas de oro a las que se les indujo el fenómeno de electromigración, se pueden hacer las siguientes conclusiones:

- 1. Se propuso un arreglo experimental para el estudio del fenómeno de electromigración por medio de la técnica de microscopía de fuerza atómica.
- 2. Se confirmo que la microscopía de fuerza atómica es una técnica optima para el estudio de estructuras superficiales, a grandes amplificaciones y con alta resolución. La cual ofrece la gran ventaja de proporcionar una imagen tridimensional de la superficie.
- Se confirmó macroscópica y microscópicamente que existe movimiento de masa durante el fenómeno de electromigración, y que este movimiento sigue el sentido y dirección del flujo de electrones [I. A. Blech y R. Rosenberg, 1974].
- 4. Se propone el fenómeno de EM como una herramienta para modificar las características superficiales (tamaño de grano y rugosidad) de películas delgadas de oro y en general de películas metálicas.

5. Se encontró que en las muestras con espesores de 25 a 80 nm es posible crear perforaciones de distintos tamaños, que pueden ser menores que 300 nm de diámetro. Estas muestras serán usadas en el estudio de dispersión de plasmones y en el estudio de la transmisión óptica extraordinariamente mejorada (Extraordinary Enhanced Optical Transmission en inglés), la cual aparenta ser un fenómeno que se da en películas delgadas con perforaciones nanométricas [H. F. Ghaemi et al, 1998].
Literatura citada.

- Aguilar M., A. I. Oliva, P. Quintana y J. L. Peña.1998 a. "Electromigration in gold thin films". Thin Solid Films. 317 189-192 p.
- Aguilar M., A. I. Oliva y P. Quintana.1998 b. "The effect of electrical current (DC) on gold thin films". Surface Science. **409** 501-511 p.
- Binning G., Ch. Gerber, E. Stoll, T. R. Albrecht y C.F. Quate.1987b. Europhysics Letters. 3 1281 p.
- Binning G., Ch. Gerber, E Stoll, T. R. Albrecht y C. F. Quate.1987. Surface Science. 189 1 p.
- Blech I. A. y E. S. Meieran. 1967. "Direct transmission electron microscope observation of electrotransport in aluminum thin films". Applied Physics Letters, 11 263 p.
- Blech I. A. y R. Rosenberg. 1975. "On the direction of Electromigration in gold thin films". Journal of Applied Physics. 46 579-583 p.
- Bozhevolnyi S. y F. A. Pudonin. 1997. "Two-Dimensional Micro-Optics of Surface Plasmons". Physical Review Letters. 78 2823 p.
- Chung Y. S. y H. L. Hung. 1976. "Temperature distribution on thin film metallizations". Journal of Applied Physics. 47 1775 p.
- D'Heurle F. y R. Rosenberg. 1973. "Electromigration in thin Films". En: G. Hass, M. Francombe y R. hoffman (eds.). "Physics of Thin Films". Academic Press, Nueva York, 257-284 p.

- De Pablo P. J., J. Colchero, J. Gomez-Herrero, A. Asenjo, M. Luna, P. A. Serena y
 A. M. Baró. 2000. "Ratchet effect in surface electromigration detected with scanning force microscopy in gold micro-stripes". Surface Science. 464 123-130 p.
- Ebbesen T. W., H. J. Lezec, H. F. Ghaemi, T. Thio y P. A. Wolff. 1998. "Extraordinary optical transmission through sub-wavelength hole arrays". Nature (London). 391 667 p.
- Ekinci K.L. y J. M. Valles. 1998. "Thickness dependence of the morphology of ultra thin quench condensed gold films". Physical Review B. **58** 7347 p.
- Ghaemi H. F., T. Thio y D. E. Grupp. 1998 . "Surface plasmons enhance optical transmission through subwavelength holes". Physical Review B. 58 6779 p.
- Herzig Ch. y D. Cardis. 1975. "Amtter transpor in pure gold induced by high direct current densities". Applied Physics. 5 317 p.
- Huntington H. B. y A. R. Grone.1961. "*Current induced marker motion in gold wires*". Journal of Physics and Chemistry of Solids. **23** 123 p.
- Hwang J. y M. A. Dubson. 1992 "Atomically flat gold films growth on hot glass".
 Journal of Applied Physics. 72 1852 p.
- Jepsen D. W. 1968. "Qualitative description of temperature distribution in Aluminum stripes". IBM Research Note NC 753, Nueva York.
- Kahler H. 1921. "The crystalline structure of sputtered and evaporated metallic films" Physical Review. 18 210-217 p.

- Levine L. E., G. Reiss y D. A. Smith. 1993. "In situ Scanning Tunneling Microscopy studies of current driven mass transport in Ag". Journal of Applied Physics. 74 5476 p.
- Oliva A. I., P. Quintana ,O. Ceh, C. E. Corona y M. Aguilar. 1999. "Current Induced Effects on aluminum thin films". Thin Solid Films. 353 1-7 p.
- Paniccia M., P. Flinn y R. Reifenberger. 1993. "Scanning probe microscopy studies of electromigration in electroplated Au wires". Journal of Applied Physics. 73 8189 p.
- Sorbello R. S. 1973. "Basic concepts of electro and thermomigration: Driving forces". En: R. E. Hummel y H. B. Huntington (eds.)."Electro- and Thermo-Transport in Metals and Alloys". AIME, Nueva York, 2-34 p.
- Sorbello R. S. 1973. "A pseudopotential based theory of the driving forces for electromigration in metals". Journal of physics and Chemistry of Solids. 34 973 p
- Tai K. L., P. A. Turner y D. D. Bacon. 1969. "The structure of evaporated and dcsputtered films of gold and silver deposited on glass". Journal of Vacuum Science and Technology. 6 687 p.
- Tu K. N. 1992. "*Electromigration in stressed thin films*". Physical Review B. **45** 1409-1413 p.
- Xiao M., A. Zayats y J. Siqueiros. 1998. "Scattering of surface-plasmon polaritons by dipoles near a surface: Optical near-field localization". Physical Review B. 55 1824 p.

Apéndice A : Resolución.

En óptica es la habilidad de un sistema de lentes de reproducir los puntos, líneas y superficies en un objeto como entidades separadas en la imagen. En un sistema mecánico es el incremento de ajuste mínimo que puede realizar con efectividad un sistema de posicionamiento. Ambas definiciones se pueden aplicar los microscopios de barrido con sonda ya que su salida es una imagen que se genera como resultado de la interacción de un sistema electromecánico con una superficie. En la tabla 1 se muestra una comparación de la resolución de algunos microscopios.

Tabla IV. -Comparación de la resolución de distintos microscopios. Fuente: Enciclopedia Británica, 1993. v. 24: 61-73.

Microscopio	Resolución	Comentarios
	máxima en µm	
Óptico	0.18	Inmerso en aceite con lente objetiva de 1,500X
Acústico	0.015	
MET	0.00011	Imágenes de átomos de carbono en diamante
MFA (o MBET)	0.00008	Imágenes de carbono en grafito

ApéndiceB:Evaporaciónporcalentamientoresistivo.

Este método de fabricación de películas delgadas consiste en calentar el material con un filamento o bote por medio de una resistencia electrica, en general, estos filamentos están hechos de metales refractarios como el W, Mo, Ta y Nb, que son materiales que tienen temperaturas de fusión altas. La elección del material de soporte es determinda principalmente por la temperatura de evaporación y la resistencia a la aleación y/o la reactividad química con el evaporante. Con excepción de algunos materiales como el Si, Al, Co, Ni y Fe, la mayoría de los metales no presentan problemas para su evaporación desde los soportes adecuados.

Es fácil conseguir o fabricar fuentes de evaporación de diversos tipos, geometrías y tamaños, algunas de estas se ilustran en la figura 25.



Figura 25.-Ilustración de los tipos más comunes de fuente de evaporación. a) De horquilla. b) Espiral, c) Bote. d)Bote cubierto de alúmina. e) bote de alambre en espiral y f) bote de alúmina con calentador en espiral.

El espesor de la película.

Los tipos principales de fuentes de evaporación que se usan son los llamados de filamento y los de laminilla que se ilustraron en la figura 25, desde luego, la elección de alguna fuente en particular depende de ciertos factores relacionados con el material a evaporar, por ejemplo: a) la presentación de este (granulado, en laminilla, en alambre, en polvo, etc) y b) su comportamiento al evaporarse, ya sea que humedezca el soporte o se evapore desde un glóbulo liquido.

En general se debe asumir que la evaporación se produce de acuerdo con la ley del coseno de Knudsen, que una analogía para cinética de gases de la ley de Lambert para la radiación.

Es conveniente también, tomar en cuenta las suposiciones que se hacen acerca de las fuentes para obtener sus características de emisión de vapor, para esto veremos primero la clasificación de las fuentes:

- Tipo 1, fuentes puntuales: Considérese como una pequeña esfera emitiendo en todas las direcciones, el radio de esta es pequeño comparado con la distancia al sustrato.
- Tipo 2, fuentes superficiales direccionales. Considérese una pequeña superficie plana, suponiendo que la temperatura es uniforme en ella, entonces la evaporación también se produce de manera uniforme de acuerdo con la ley de Knudsen.

3. *Tipo 3, fuentes cilíndricas de alambre*: son fuentes con la forma de cilindro cuyo radio es pequeño en comparación con el resto de las dimensiones del sistema, al igual que en la anterior la temperatura también se supone uniforme, para esta fuente el comportamiento se puede visualizar como un intermedio de los dos tipos anteriores.

De acuerdo con las definiciones anteriores se puede concluir que solo se necesita definir las propiedades de las fuentes de tipo 1 y 2.

Además es conveniente conocer las suposiciones relacionadas con las condiciones de evaporación:

- La evaporación se produce a una presión suficientemente baja como para considerar que todas las moléculas viajan en una trayectoria rectilínea, es decir, la dispersión de moléculas de vapor es despreciable.
- La intensidad del vapor es baja de tal forma que las colisiones entre moléculas de vapor en las cercanías de la fuente es despreciable.
- 3. Cada molécula de vapor se condensa al primer contacto con el sustrato.

Estas suposiciones son necesarias para que la ley del coseno de Knudsen sea aplicable y son validas para la mayoría de los materiales con temperaturas de evaporación mayores que 1000 C, cuando se depositan sobre vidrio o metales limpios a presiones igual o menores a 1×10^{-5} torr.

Distribución del espesor.

Si el material llega a una pequeña área dS2 en una superficie inclinada una ángulo θ con respecto a la dirección del flujo de vapor, figura 26, entonces se puede calcular el espesor de la película en esa área.



Figura 26.-Superficie receptora dS2, la cual forma un ángulo θ con la dirección del flujo de vapor.

Se tiene, para la fuente puntual

$$d\omega = \frac{\cos\varphi\cos\theta}{r^2} dS_2$$
 22

De tal forma que el material llega a dS_2 a una velocidad

$$dm = \frac{m}{4\pi} \frac{\cos\theta}{r^2} dS_2$$
 23

Y para la fuente superficial

$$dm = \frac{m\cos\varphi\cos\theta}{\pi r^2} dS_2$$
 24

67

Suponiendo que el material tiene una densidad $\rho(g/cm^3)$ y el espesor de la película que se condensa por unidad de tiempo es t (cm/s), entonces el volumen de material depositado en dS_2 es t dS_2 , de tal forma que

$$dm = \rho \cdot t \cdot dS_2 \tag{25}$$

El espesor del deposito en los puntos correspondientes a dS_2 , figura 26, esta dado por la expresión

$$t = \frac{m}{4\pi} \frac{\cos\theta}{r^2}$$
 26

Para fuentes puntuales y

$$t = \frac{m}{\pi} \frac{\cos\varphi \cos\theta}{r^2}$$
 27

Para fuentes superficiales.

Arreglos más comunes en la practica.

Evaporación desde un área plana hacia un plano receptor paralelo. En la figura 27 tenemos que el espesor en el punto R se puede derivar de la ecuación 27.

$$t = \frac{m}{\pi \rho} \frac{\cos^2 \theta}{r^2} = \frac{mh^2}{\pi \rho r^4} = \frac{mh^2}{\pi \rho (h^2 + \delta^2)^2}$$
 28

El espesor del deposito justo debajo de la fuente, en el punto O es:

$$t_o = \frac{m}{\pi \rho} \frac{1}{h^2}$$
 29

Y la variación del espesor es



Figura 27.-Evaporación desde una pequeña área S hacia una superficie paralela al plano.

Evaporación desde una fuente puntual hasta un plano receptor. En la figura 27 se tiene que el espesor en cualquier punto es :

$$t = \frac{m}{4\pi\rho} \frac{\cos\theta}{r^2} = \frac{mh^2}{4\pi\rho r^3} = \frac{mh}{4\pi\rho (h^2 + \delta^2)^{\frac{3}{2}}}$$
 31

Y para el punto O

$$t_o = \frac{m}{4\pi\rho} \frac{1}{h^2}$$
 32

y la variación de espesor

30

$$\frac{t}{t_o} = \frac{h^3}{\left(h^2 + \delta^2\right)^{\frac{3}{2}}} = \frac{1}{\left(1 + \left(\frac{\delta}{h}\right)^2\right)^{\frac{3}{2}}}$$
33

La grafica de la distribución de espesores para los dos casos anteriores se muestra en la grafica de la figura 28.



Figura 28.- Gráfica de la distribución de espesores sobre una superficie plana para: a) Una fuente puntual (línea sólida). b) Una fuente superficial (línea punteada).

Apéndice C: Circuito de la fuente de

corriente.



Figura 29.-Diagrama electrónico de la fuente de corriente que se fabrico para los experimentos realizados en este trabajo de investigación. En este circuito el potenciómetro [S] es el ajuste de la corriente y el potenciómetro [R] simula la carga.