

**Centro de Investigación Científica y de Educación  
Superior de Ensenada, Baja California**



---

**Maestría en Ciencias  
en Electrónica y Telecomunicaciones  
con orientación en Altas Frecuencias**

---

**Diseño e implementación de un sistema de análisis de  
películas delgadas en frecuencias de microondas usando  
microscopio de fuerza atómica y analizador de redes vectorial**

Tesis  
para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de  
Maestro en Ciencias

Presenta:

**Ulises Augusto Pont de la Torre**

Ensenada, Baja California, México  
2020

Tesis defendida por  
**Ulises Augusto Pont de la Torre**

y aprobada por el siguiente Comité

---

Dr. Humberto Lobato Morales  
Codirector de tesis

---

Dr. Eduardo Antonio Murillo Bracamontes  
Codirector de tesis

Dr. María del Carmen Maya Sánchez

Dr. Hugo Jesús Tiznado Vázquez

Dr. J. Apolinar Reynoso Hernández



---

Dr. Daniel Saucedo Carvajal  
Coordinador del Posgrado  
Electrónica y Telecomunicaciones

---

Dra. Rufina Hernández Martínez  
Directora de Estudios de Posgrado

Resumen de la tesis que presenta **Ulises Augusto Pont de la Torre** como requisito parcial para la obtención del grado de Maestro en Ciencias en Electrónica y Telecomunicaciones con orientación en Altas Frecuencias.

**Diseño e implementación de un sistema de análisis de películas delgadas en frecuencias de microondas usando microscopio de fuerza atómica y analizador de redes vectorial**

Resumen aprobado por:

---

Dr. Humberto Lobato Morales  
Codirector de tesis

---

Dr. Eduardo Antonio Murillo Bracamontes  
Codirector de tesis

En este reporte de tesis se presenta la implementación de un sistema de microscopía de microondas utilizando un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM por sus siglas en inglés) y un Analizador de Redes Vectorial (VNA por sus siglas en inglés). Se diseñaron y fabricaron sondas resonantes y no resonantes que terminan en una punta conductiva, y que operan a frecuencias que van desde 500 MHz hasta 6 GHz utilizando únicamente las pérdidas por reflexión. El sistema propuesto muestra la capacidad de determinar cambios en las propiedades de muestras de películas delgadas a escala nanométrica, tales como altura del dieléctrico, altura de las capas conductivas, y permitividad dieléctrica de la capa aislante. Se presentan los resultados simulados y medidos experimentalmente de las pruebas resonante y no resonante, y son comparados y discutidos.

**Palabras clave:** RF, microondas, permitividad, microscopio de fuerza atómica, películas delgadas.

**Abstract** of the thesis presented by **Ulises Augusto Pont de la Torre** as a partial requirement to obtain the Master of Science degree in Electronics and Telecommunications with orientation in High Frequencies.

**Design and implementation of a microwave system for thin-film analysis using atomic-force microscope and vector-network analyzer**

Abstract approved by:

---

Dr. Humberto Lobato Morales  
Thesis Codirector

---

Dr. Eduardo Antonio Murillo Bracamontes  
Thesis Codirector

The implementation of a Microwave Microscopy (MM) system using an Atomic-Force Microscope (AFM) and a Vector Network Analyzer (VNA) is presented in this thesis report. Resonant and non-resonant probes are designed and fabricated to operate at frequencies from 500 MHz to 6 GHz using reflection losses data only and are integrated into the AFM. A conductive tip is configured at the end of the probes for the measurements. The proposed system shows the capability to determine changes in thin-films properties, such as height of dielectric, height of conductors in the nanometer scale, and dielectric permittivity of insulator layers. Both methods, resonant and non-resonant, are compared and discussed.

**Keywords:** RF, microwave, permittivity, atomic force microscopy, thin films.

## Dedicatoria

*A mi esposa y familia, por todo su apoyo.*

## Agradecimientos

Al Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada (CICESE) en Baja California y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por brindarme una beca para realizar mis estudios de posgrado en el departamento de Electrónica y Telecomunicaciones.

Al Centro de Nanociencias y Nanotecnología (CNyN) por permitirme utilizar sus instalaciones.

A mis directores de tesis, al Dr. Humberto Lobato Morales y al Dr. Eduardo Antonio Murillo Bracamontes por su guía y apoyo para la realización de este trabajo.

A los miembros del comité, Dra. María del Carmen Maya Sánchez, Dr. J. Apolinar Reynoso y Dr. Hugo Tiznado por sus observaciones y aportaciones.

## Tabla de contenido

<b>Resumen en español.....</b>	<b>ii</b>
<b>Resumen en inglés.....</b>	<b>iii</b>
<b>Dedicatoria.....</b>	<b>iv</b>
<b>Agradecimientos .....</b>	<b>v</b>
<b>Lista de figuras .....</b>	<b>viii</b>
<b>Lista de tablas .....</b>	<b>xii</b>
<b>Capítulo 1. Introducción.....</b>	<b>1</b>
1.1 Antecedentes .....	2
1.2 Planteamiento del problema .....	6
1.3 Objetivos .....	6
1.4 Organización de la tesis.....	7
<b>Capítulo 2. Fundamentos teóricos .....</b>	<b>8</b>
2.1 Espectro electromagnético .....	8
2.2 Permitividad, permeabilidad y capacitancia. ....	8
2.2.1 Parámetros constitutivos .....	8
2.2.2 Parámetros de propagación .....	10
2.2.3 Factor de calidad .....	11
2.3 Redes de microondas y parámetros de dispersión “S” .....	11
2.4 Carta de Smith.....	13
2.5 Películas delgadas .....	14
2.5.1 Técnicas de depósito de películas delgadas.....	15
2.6 Circuitos de RF/Microondas .....	16
2.7 Métodos de medición y análisis de materiales en RF/microondas.....	17
2.7.1 Métodos no resonantes .....	18
2.7.1.1 Método por reflexión .....	18
2.7.2 Métodos resonantes .....	19
2.7.2.1 Método de perturbación de resonancia .....	20
2.8 Técnicas de caracterización de películas delgadas .....	20

2.8.1	Microscopia de barrido por sonda .....	20
2.8.1.1	Microscopia de fuerza atómica (AFM) .....	21
2.9	Métodos de operación del AFM .....	22
2.9.1	Modo de contacto .....	22
2.9.2	Modo de no contacto .....	22
2.9.3	Modo de contacto intermitente .....	22
2.9.4	Microscopia de microondas de campo cercano .....	23
2.10	Fuentes de incertidumbre .....	25
<b>Capítulo 3.</b>	<b>Modelado, simulación y fabricación .....</b>	<b>27</b>
<b>Capítulo 4.</b>	<b>Montaje del sistema .....</b>	<b>36</b>
<b>Capítulo 5.</b>	<b>Mediciones.....</b>	<b>39</b>
5.1	Método por reflexión .....	40
5.2	Método resonante .....	45
<b>Capítulo 6.</b>	<b>Análisis y Resultados .....</b>	<b>52</b>
6.1	Método por reflexión .....	52
6.2	Método resonante .....	55
<b>Capítulo 7.</b>	<b>Conclusiones y trabajo a futuro.....</b>	<b>56</b>
7.1	Conclusiones.....	56
7.2	Trabajo a futuro .....	57
<b>Literatura citada .....</b>		<b>58</b>



## Lista de figuras

Figura	Página
1. Microscopio de Fuerza Atómica XE-70 de Park Systems. ....	1
2. Medición de muestra líquida en microondas usando sensores coaxiales conectados a un VNA.....	2
3. Soluciones para el análisis de materiales delgados combinando algún tipo de medición de microondas en un AFM. ....	3
4. Sondas compatibles con microscopios de fuerza atómica para mediciones por el método de microscopia de microondas.....	4
5. Solución comercial. Mediciones de topografía y capacitancia hechas con el sistema XE SCM de (Park Systems, 2019).....	4
6. AFM XE-70 de Park Systems existente en la Unidad de Nanocaracterización.....	5
7. VNA portable y Protomat.....	5
8. Distribución del espectro electromagnético (Fuente: Wikipedia).....	8
9. Red de dos puertos. ....	12
10. <i>Carta de Smith</i> .....	14
11. Aluminio (Al) sobre Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) vista en un microscopio óptico (imagen izquierda) y su imagen de topografía tomada con el AFM (imagen derecha).....	15
12. Ciclo de ALD.....	16
13. Ejemplos de circuitos de RF/microondas más comunes.....	16
14. Análisis de líquidos mediante prueba coaxial.....	17
15. Imagen de método por reflexión. ....	19
16. Sonda resonador coaxial con muestra en extremo. ....	20
17. Diagrama general del AFM.....	21
18. Gráfica distancia-fuerza cantiléver. Muestra las fuerzas en los diferentes modos de operación del AFM. ....	23
19. Cambio en la frecuencia de resonancia y reflexión debido a la muestra. ....	24
20. Interacción entre el campo eléctrico de la sonda y la muestra. ....	25

21. Dimensiones del Chip ElectriMulti75-G utilizado (TED PELLA, 2020). .....	27
22. Modelo en Ansys-HFSS del HEM con cubierta metálica. ....	28
23. Modelos en Ansys-HFSS de Portachip, chip y cantiléver con punta. ....	28
24. Magnitud del coeficiente de reflexión $S_{11}$ del HEM sin cubierta metálica, simulado y medido. ....	29
25. Transmisión $S_{21}$ y reflexión $S_{11}$ del HEM original simulado. ....	30
26. Gráfica de parámetros $S_{21}$ del HEM original y el HEM para mediciones no resonantes. ....	31
27. HEM No Resonante propuesto a) en simulación, b) fabricado. ....	32
28. HEM Resonante propuesto, a) en simulación, b) fabricado. ....	33
29. Sistema HEM + Cable + portachip/chip. ....	34
30. Portachip propuesto, a) en simulación, b) fabricado con cable coaxial con conector UFL macho. ....	35
31. <i>ProtoMat S103</i> de <i>LPKF</i> utilizado para la fabricación de los HEM .....	35
32. Cubiertas de AFM. ....	36
33. Conexión VNA – AFM. ....	37
34. Conexión HEM-portachip. ....	37
35. Montaje final del sistema. ....	38
36. Portamuestras y muestra. ....	38
37. Estructura MOS de alúmina, silicio y oro. ....	39
38. Estructuras MIM de YSZ con metalización rutenio y Alúmina con metalización de aluminio. ....	39
39. Gráfica de coeficiente de reflexión con punta en contacto con las muestras de diferentes espesores de $\text{Al}_2\text{O}_3$ en estructura MOS y con la punta en circuito abierto. ....	40
40. $S_{11}$ en Carta de Smith a 2GHz con punta en contacto con las muestras de diferentes espesores de $\text{Al}_2\text{O}_3$ en estructura MOS y con punta en circuito abierto. ....	40
41. Mediciones con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de YSZ y circuito abierto en un ancho de banda de 500 MHz a 6 GHz. ....	41
42. Mediciones de $S_{11}$ con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de YSZ y punta en circuito abierto a 2 GHz. ....	41

43. Mediciones de $S_{11}$ con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de YSZ y punta en circuito abierto a 4 GHz. ....	42
44. Mediciones de reflexión con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en un ancho de banda de 500 MHz a 6 GHz. ....	42
45. Mediciones de $S_{11}$ de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 1GHz. ....	43
46. Mediciones de $S_{11}$ de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 2GHz. ....	43
47. Mediciones de $S_{11}$ de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 3GHz. ....	44
48. Mediciones de $S_{11}$ de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 4GHz. ....	44
49. Mediciones de $S_{11}$ de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 5GHz. ....	45
50. Resonancias del sistema en modo circuito-abierto. ....	46
51. Medición de muestras de MOS $Al_2O_3$ en modo fundamental. ....	47
52. Medición de muestras de MOS $Al_2O_3$ en modo 1. ....	47
53. Medición de muestras de MOS $Al_2O_3$ en modo 2. ....	48
54. Medición de muestras de MIM YSZ en modo 1. ....	48
55. Medición de muestras de MIM YSZ en modo 2. ....	49
56. Medición de muestras de MIM $Al_2O_3$ en modo fundamental. ....	49
57. Medición de muestras de MIM $Al_2O_3$ en modo 1. ....	50
58. Medición de muestras de MIM $Al_2O_3$ en modo 2. ....	50
59. Medición de muestras de MIM $Al_2O_3$ en modo 3. ....	51
60. Cambio de plano de medición ....	52
61. Cambio de plano de medición ADS. ....	52
62. Mediciones de $S_{11}$ de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito a 1 GHz, en plano de referencia $B-B'$ . ....	53
63. Mediciones de $S_{11}$ de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 2 GHz, en plano de referencia $B-B'$ . ....	53

64. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito  
abierto y corto circuito a 3 GHz, en plano de referencia  $B-B'$ . .....54

## Lista de tablas

Tabla	Página
1. Valores de impedancia normalizada de las muestras MIM de $\text{Al}_2\text{O}_3$ por método de reflexión. ....	54
2. Frecuencia resonante $f_s$ (GHz) y factor de calidad $Q_L$ de las muestras de $\text{Al}_2\text{O}_3$ para diferentes modos de resonancia.....	55

## Capítulo 1. Introducción

---

Para el diseño de sistemas electrónicos de RF y Microondas es muy importante conocer las características electromagnéticas de los materiales utilizados, la impedancia y las dimensiones de las líneas de transmisión dependen de parámetros como la permitividad dieléctrica de los materiales con los que se fabrican. Con el desarrollo de nuevos materiales en películas delgadas, es indispensable conocer con precisión sus características de dimensión, conductividad, permitividad dieléctrica, etc. Para poder realizar componentes y sistemas electrónicos confiables.

Una herramienta muy útil para conocer algunas características de películas delgadas, tanto nanométricas como micrométricas, compuestas por materiales dieléctricos, conductores o semiconductores, es el microscopio de Fuerza Atómica AFM (por sus siglas en inglés *Atomic-Force Microscope*), como el mostrado en la figura 1, que es un instrumento mecánico-óptico capaz de detectar fuerzas en el orden de nanoNewtons mediante una punta que se encuentra en el extremo de una viga micrométrica también llamada cantiléver; la característica principal que permiten medir este tipo de microscopios en su configuración básica es topografía.



Figura 1. Microscopio de Fuerza Atómica XE-70 de Park Systems.

Por otro lado, existen técnicas utilizadas para caracterizar materiales en el rango de RF y microondas, basadas principalmente en el uso de un sensor especializado que hace interactuar las ondas

electromagnéticas EM con el material o la muestra bajo análisis. La respuesta del sensor es interpretada con el uso de un Analizador de Redes Vectorial VNA (por sus siglas en inglés *Vector-Network-Analyzer*); las propiedades principales que se pueden estimar con este método en un material son: permitividad dieléctrica, conductividad eléctrica, y permeabilidad magnética. La Figura 2 muestra la medición de líquidos usando pruebas coaxiales conectadas a un VNA (Keysight Technologies, 2017).



Figura 2. Medición de muestra líquida en microondas usando sensores coaxiales conectados a un VNA.

## 1.1 Antecedentes

Al momento de la realización de este trabajo de tesis, existen soluciones para el análisis de materiales delgados combinando algún tipo de medición de microondas en un AFM. Ejemplo de esto se reporta en (Biagi et al., 2017), en donde se analiza capacitancia y permitividad de muestras de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) de diferentes espesores a una frecuencia de  $\sim 19$  GHz en modo de contacto, presentados en la Figura 3. En el trabajo de (Fumagalli et al., 2009) se presentan un método cuantitativo de medición de permitividad a baja frecuencia mediante un método de microscopía capacitiva a nanoescala en el cual se utiliza un modelo de punta-muestra de capacitancia (Figura 3). En el trabajo (Sargsyan et al., 2008) se presentan mediciones de películas delgadas utilizando microscopía de campo cercano y un resonador con frecuencia de resonancia  $f = 4.1$  GHz en una película delgada de CdS a diferentes temperaturas (Figura 3). En el trabajo de (Zhang et al., 2009) se utiliza una prueba coaxial con punta cónica para realizar las mediciones de permitividad en películas delgadas mediante microscopía de campo cercano y un VNA utilizando un método resonante a frecuencia de  $f = 34$  GHz (Figura 3). Entre algunas aplicaciones

emergentes están el analizar muestras de compuestos de nanotubos de carbono (Mdarhri et al., 2008), o muestras biológicas (Biagi et al., 2016) ambas mostradas en la Figura 3.

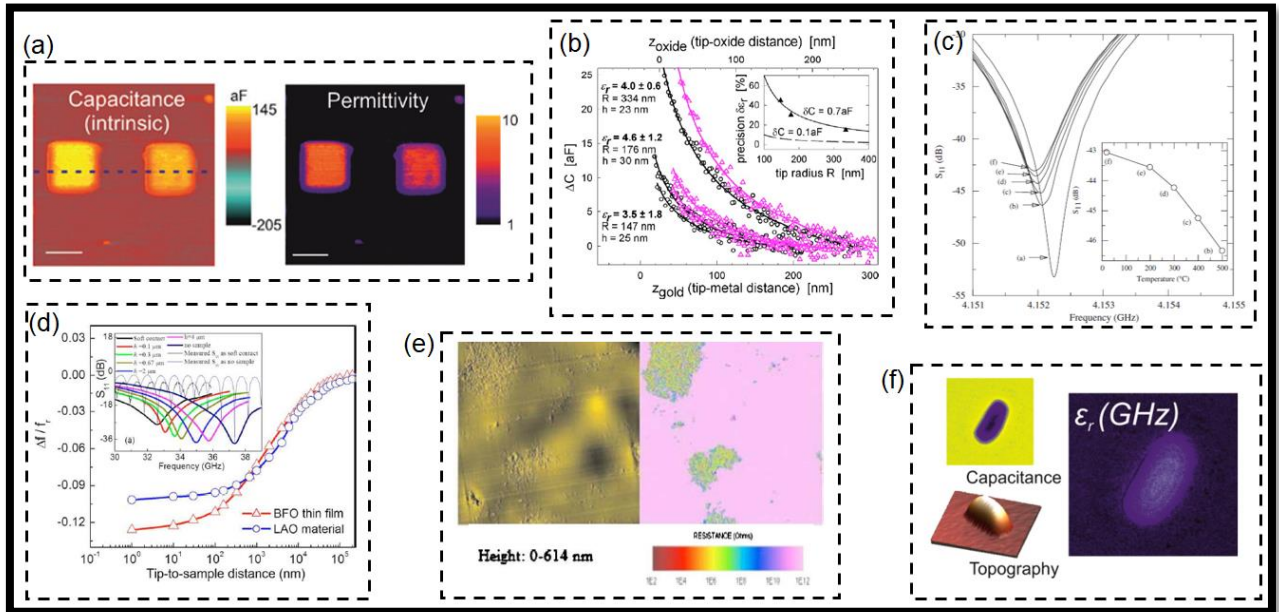


Figura 3. Soluciones para el análisis de materiales delgados combinando algún tipo de medición de microondas en un AFM. (a) Capacitancia y permitividad (Biagi et al., 2017). (b) Mediciones de variación de capacitancia con respecto a la distancia en muestra de SiO<sub>2</sub> (Fumagalli et al., 2009). (c) Medición de coeficiente de reflexión  $S_{11}$  en aire y CdS a diferentes temperaturas (Sargsyan et al., 2008). (d) Gráfica de cambio de frecuencia de resonancia y  $S_{11}$  medida en BFO y LAO (Zhang et al., 2009). (e) Imágenes de topografía y resistencia (Mdarhri et al., 2008). (f) Imágenes de capacitancia topografía y permitividad de una muestra biológica (Biagi et al., 2016).

En los trabajos de (Karbassi et al., 2007; Lai et al., 2014; Massood y Yaqiang, 2004) (Figura 4) se ha presentado el diseño y fabricación de sondas compatibles con microscopios de fuerza atómica para mediciones de películas delgadas mediante el método de microscopia de microondas.



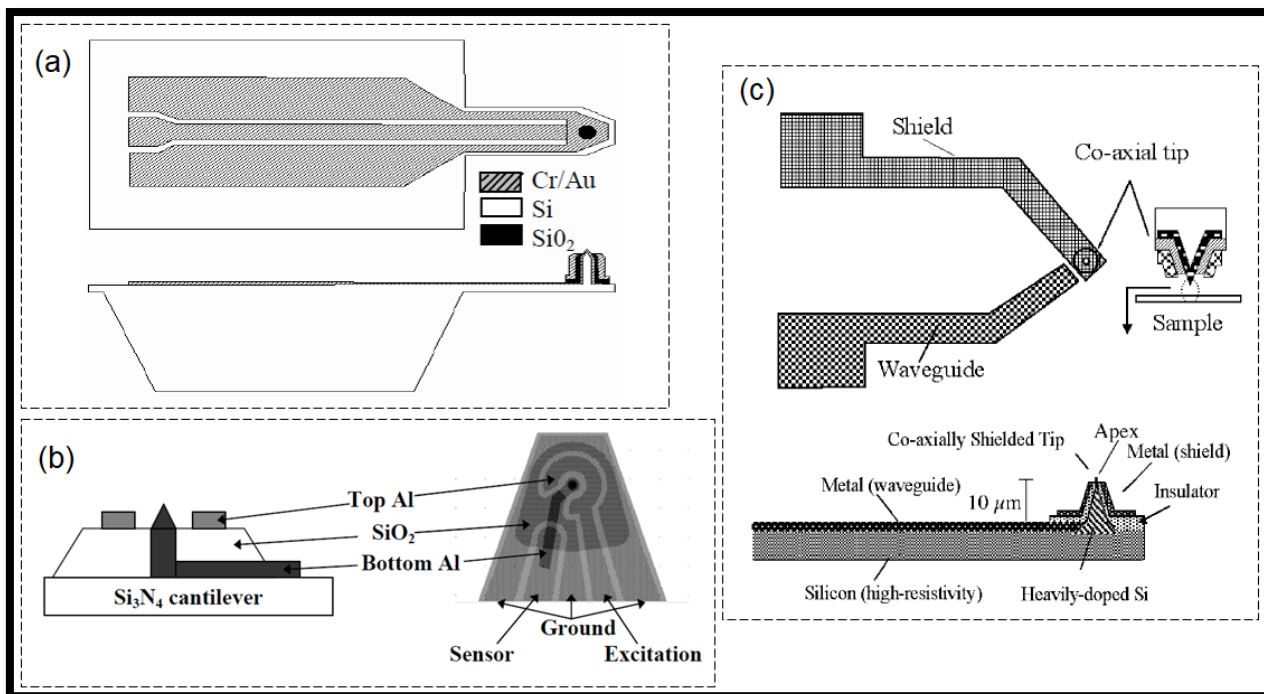


Figura 4. Sondas compatibles con microscopios de fuerza atómica para mediciones por el método de microscopia de microondas. (a) Punta coaxial ultra alta ( $50\ \mu\text{m}$ ) integrada en el cantilever con guía de onda coplanar (Karbassi et al., 2007), (b) Guía de onda coplanar sobre cantilever (Lai et al., 2014), (c) Punta coaxial rodeada de dieléctrico con una cubierta metálica (Massood y Yaqiang, 2004).

Existen equipos comerciales como el de microscopia de barrido de capacitancia (SCM de sus siglas en inglés *Scanning Capacitance Microscopy*) desarrollado por (Park Systems, 2019) con el cual se logra medir, mediante un método resonante, capacitancias en películas delgadas a frecuencias cercanas a  $\sim 1\ \text{GHz}$ . La Figura 5 muestra las mediciones del sistema de *Park Systems*.

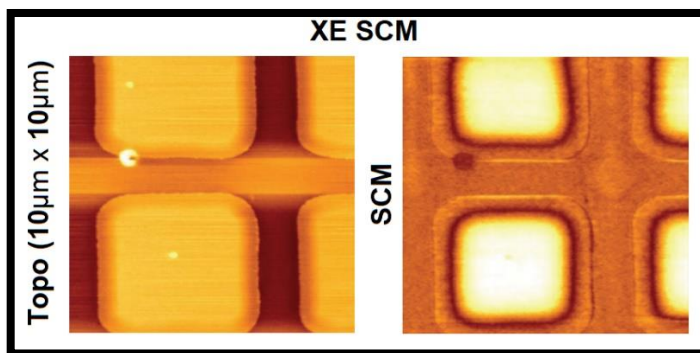


Figura 5. Solución comercial. Mediciones de topografía y capacitancia hechas con el sistema XE SCM de (Park Systems, 2019).

Otro Sistema comercial para realizar microscopia de barrido por microondas lo presenta (Keysight Technologies, 2014) que combina la capacidad de mediciones eléctricas de un analizador de redes vectorial con la resolución especial de un microscopio de fuerza atómica, este Sistema es capaz de realizar mediciones de impedancia compleja.

La Unidad de Nanocaracterización, localizada en las instalaciones del Centro de Nanociencias y Nanotecnologías, CNYN, de la UNAM, cuenta con un AFM modelo XE-70 de *Park Systems*, Figura 6.

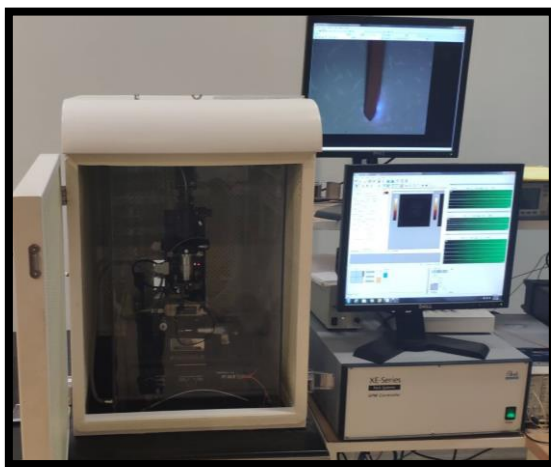


Figura 6. AFM XE-70 de Park Systems existente en la Unidad de Nanocaracterización.

Por otro lado, en el laboratorio de Altas Frecuencias de CICESE se cuenta con equipo para la medición de materiales en rangos de RF y microondas, tal como un VNA portable *MS2030SC* de *Anritsu*, así como con el equipo *LPKF-Protomat S103* para diseño y fabricación de circuitos “planares” de microondas, los cuales son mostrados en la Figura 7.



Figura 7. VNA portable y Protomat.

Sin embargo, hasta antes de este trabajo, en ninguno de los dos Centros se contaba con un sistema para caracterizar películas delgadas en frecuencias de RF y Microondas, como los mencionados anteriormente.

## 1.2 Planteamiento del problema

En esta tesis se propone implementar la medición de películas delgadas en rangos de RF y microondas utilizando el AFM existente en el CNYN-UNAM y el VNA portable proporcionado por el laboratorio de Altas Frecuencias de CICESE. Dichas mediciones son necesarias para caracterizar los materiales con base en sus propiedades geométricas, tales como dimensiones, altura de las capas, topográficas; y al mismo tiempo las propiedades eléctricas, es decir, permitividad dieléctrica, conductividad eléctrica, o capacitancia.

El diseño del elemento de circuito sensor es crítico, tal como lo es también la línea de transmisión que será implementada en el AFM y el porta-chip (pieza donde se encuentra la punta del AFM), así como la interfaz de RF/microondas conectada a un cantiléver conductor, ya que el conjunto de estos elementos son los que hacen posible que las señales electromagnéticas interactúen con las muestras. Para así poder realizar las mediciones deseadas.

## 1.3 Objetivos

El objetivo general es implementar el sistema de medición en frecuencias de RF y microondas utilizando un AFM, para el análisis de muestras de películas delgadas.

Para lograr esto, se consideran los siguientes objetivos particulares:

- Análisis inicial de estructuras HEM, porta-chip y cantiléver existentes en simulación usando *Ansys-HFSS*.
- Diseño de HEM y porta-chip para frecuencias de RF y microondas para implementación del sistema resonante y no usando *Ansys-HFSS* y *ADS*.
- Simulación electromagnética de cantiléver conductor en contacto con muestras dieléctricas y conductivas con distintos valores de permitividad y altura.
- Análisis del sistema a bloques HEM/porta-chip/cantiléver usando el simulador *ADS*.

- Fabricación de los sistemas HEM, porta-chip, y conexión entre ambos.
- Implementación física en el AFM.
- Medición de muestras de películas delgadas de  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizando el AFM y el VNA arriba referidos.
- Procesamiento e interpretación de los datos obtenidos de las mediciones.

## 1.4 Organización de la tesis

Este documento de tesis está organizado en 7 capítulos que a continuación se describen:

El Capítulo 1, presenta una introducción del trabajo realizado, resaltando su importancia además de mencionar algunos trabajos previos que sirvieron de base para realizar este proyecto.

El Capítulo 2, proporciona conceptos teóricos básicos utilizados para el desarrollo de esta tesis, tales como, métodos de medición de materiales dieléctricos a frecuencias de microondas y algunos conceptos básicos sobre películas delgadas, RF y microondas.

El Capítulo 3, explica con detalle cómo se realizaron los modelos, simulaciones y fabricación de los componentes que conforman el sistema implementado.

El Capítulo 4, reporta cómo fue montado el sistema de microscopía de microondas y qué consideraciones se hicieron al realizar las mediciones.

El Capítulo 5, reporta las mediciones realizadas con el sistema implementado y se comenta cómo se trataron las mediciones.

El Capítulo 6, expone los resultados y discusiones obtenidos a partir del análisis de las mediciones hechas con el sistema de microscopía de microondas.

Finalmente, el Capítulo 7, presenta las conclusiones y recomendaciones para trabajo a futuro en esta área.

## Capítulo 2. Fundamentos teóricos

### 2.1 Espectro electromagnético

Las ondas electromagnéticas están formadas por campo eléctrico y campo magnético perpendiculares entre sí y estos a su vez perpendiculares a la dirección de propagación, son capaces de transportar energía y son generados por cargas en movimiento. Algunas formas de generar estas ondas son la radiación por antenas, radiación por desaceleración de partículas, transiciones electrónicas, decaimiento gamma y radiación de cuerpo negro (Murphy, 2001). Las ondas electromagnéticas tienden a propagarse radialmente: la perturbación se extiende en dirección radial sobre un plano desde el punto en donde se origina, aunque matemáticamente, es más fácil tratarlas como ondas planas.

En el espectro electromagnético se agrupan todas las ondas electromagnéticas divididas de acuerdo con la frecuencia (o longitud de onda), Figura 8.

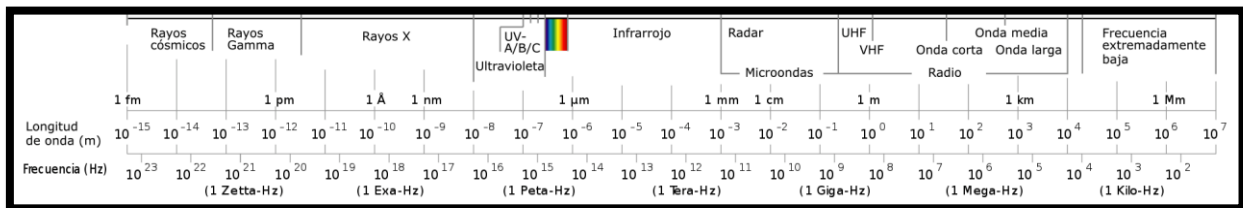


Figura 8. Distribución del espectro electromagnético (Fuente: Wikipedia)

### 2.2 Permitividad, permeabilidad y capacitancia.

Existen dos tipos de parámetros que describen las propiedades electromagnéticas de materiales de baja conductividad: parámetros constitutivos y parámetros de propagación.

#### 2.2.1 Parámetros constitutivos

Partiendo de las ecuaciones de Maxwell en su forma diferencial (Pozar, 2011):

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (1)$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0 \quad (2)$$

$$\nabla \times \vec{H} = \partial \vec{D} / \partial t + \vec{J} \quad (3)$$

$$\nabla \times \vec{E} = -\partial \vec{B} / \partial t \quad (4)$$

Donde  $\vec{E}$  y  $\vec{H}$  representan los campos eléctrico y magnético, respectivamente, que interactúan en la materia;  $\vec{D}$  es la densidad de flujo eléctrico,  $\vec{B}$  es la densidad de flujo magnético y  $\vec{J}$  la densidad de corriente, las propiedades del medio en donde se propaga la onda se encuentran definidas por sus parámetros de permitividad y permeabilidad,  $\epsilon$  y  $\mu$ , respectivamente.

Los parámetros constitutivos mostrados en las expresiones (1)-(4) son utilizados generalmente para describir las propiedades electromagnéticas de materiales con baja conductividad. Cuando la conductividad es muy baja, puede despreciarse y los parámetros utilizados para describir el material son los valores de permitividad y permeabilidad, ambos son números complejos (Caloz y Itoh, 2006).

$$\vec{D} = \epsilon \vec{E} = (\epsilon' - j\epsilon'')\vec{E} \quad (5)$$

$$\vec{B} = \mu \vec{H} = (\mu' - j\mu'')\vec{H} \quad (6)$$

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (7)$$

donde los parámetros constitutivos  $\epsilon'$  y  $\epsilon''$  son la parte real e imaginaria de la permitividad, respectivamente;  $\mu'$  y  $\mu''$  corresponden a la parte real e imaginaria de la permeabilidad.

El comportamiento eléctrico y magnético de materiales con baja conductividad está determinado por los dos parámetros complejos: permitividad y permeabilidad. La permitividad describe la interacción del

material con los campos eléctricos existentes en él, mientras que la permeabilidad describe la interacción del material con los campos magnéticos aplicados en él. Los campos eléctrico y magnético interactúan con los materiales de dos formas: almacenamiento de energía y disipación de energía. El almacenamiento de energía describe la parte sin pérdidas del intercambio de energía entre el campo y el material, y la disipación de energía sucede cuando energía electromagnética es absorbida por el material (transformado a energía térmica). Entonces, ambos, permitividad y permeabilidad, son expresadas como números complejos para describir el efecto de almacenamiento (parte real) y disipación (parte imaginaria) de cada uno.

### 2.2.2 Parámetros de propagación

La propagación de ondas electromagnéticas en un medio está determinada por la impedancia intrínseca del medio  $\eta$  y la velocidad de onda  $v$  en el medio. Estos parámetros pueden obtenerse a partir de los valores de permitividad y permeabilidad del medio (Pojar, 2011).

$$\eta = \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}} \quad (8)$$

$$v = \frac{1}{\sqrt{\mu\epsilon}} \quad (9)$$

Para representar la propagación de una onda electromagnética en un medio, por lo general, es conveniente utilizar el coeficiente de propagación complejo  $\gamma$ . Asumiendo que no existen pérdidas electromagnéticas en el material, es decir  $\alpha = 0$  (Pojar, 2011):

$$\gamma = \alpha + j\beta = j\omega\sqrt{\mu\epsilon} = j\frac{\omega}{c}\sqrt{\mu_r\epsilon_r} = j\frac{\omega}{c}n \quad (10)$$

Donde  $n$  es el índice de refracción complejo,  $\omega$  es la frecuencia angular,  $\alpha$  el coeficiente de atenuación,  $\beta = 2\pi/\lambda$  es el coeficiente de fase, y  $\lambda$  la longitud de onda en el medio.

### 2.2.3 Factor de calidad

Un parámetro importante de los circuitos resonantes es el factor de calidad  $Q$  ( $Q$  del inglés *quality*), este factor es la medida de la pérdida de un circuito resonante, una  $Q$  alta indica pérdidas bajas. Las pérdidas en el resonador pueden ser debidas a pérdidas en el conductor, dieléctrico, por radiación; estos factores de calidad se relacionan como se muestran en las ecuaciones. (11)-(13) (Pojar, 2011).

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_u} + \frac{1}{Q_e} \quad (11)$$

donde  $Q_L$  es el factor  $Q$  cargado, característico de un resonador acoplado a un circuito externo,  $Q_e$  es el factor de calidad externo el cual involucra pérdidas por acoplamiento externo y el  $Q_u$  es el factor de calidad descargado, que involucra pérdidas en el resonador sin acoplamiento externo (Pojar, 2011).

$$\frac{1}{Q_u} = \frac{1}{Q_c} + \frac{1}{Q_d} + \frac{1}{Q_r} \quad (12)$$

Donde  $Q_d$  representa las pérdidas por el dieléctrico,  $Q_c$  pérdidas por el conductor y  $Q_r$  pérdidas por radiación.

Si el resonador se acopla externamente,  $Q_L$  puede calcularse de la siguiente forma a partir de la respuesta en frecuencia de los parámetros  $S$  de reflexión.

$$Q_L = \frac{f_0}{\Delta f_{3dB}} \quad (13)$$

Donde  $f_0$  es la frecuencia de resonancia y  $\Delta f_{3dB}$  el delta de frecuencias a 3 dB.

## 2.3 Redes de microondas y parámetros de dispersión “S”

El concepto de redes de microondas se desarrolla a partir de la teoría de líneas de transmisión. Las redes de microondas analizan las respuestas de una estructura bajo señales externas de microondas, y se



complementa con la teoría de campos de microondas, la cual analiza la distribución del campo dentro de una estructura de microondas (Pozar, 2011).

La respuesta de una red de  $n$  puertos a un circuito externo puede describirse analizando las ondas que entran y salen hacia y desde los puertos de éste. Como se observa en la Figura 9, para un circuito de dos puertos, las ondas incidentes en los puertos 1 y 2 se representan como  $a_1$  y  $a_2$  respectivamente, y las ondas que salen del puerto 1 y 2 se representan como  $b_1$  y  $b_2$  respectivamente. Estos parámetros ( $a_1$ ,  $a_2$ ,  $b_1$  y  $b_2$ ) pueden ser valores de corriente o voltaje, sin embargo, para señales en el rango de RF y microondas es difícil medir dichos valores ya que a estas frecuencias se presentan efectos parásitos inductivos y capacitivos causados por las líneas de transmisión y las dimensiones de los circuitos es comparable a la longitud de onda (Montgomery et al., 1987); por esto resulta conveniente utilizar mediciones de magnitud y fase de la onda electromagnética en lo que se conoce como parámetros de dispersión o, simplemente, parámetros  $S$  (del inglés *Scattering*).



Figura 9. Red de dos puertos.

La relación entre las ondas de entrada y de salida se describe mediante parámetros de dispersión  $[S]$ :

$$[b] = [S][a] \quad (14)$$

Donde  $[a] = [a_1, a_2]^T$ ,  $[b] = [b_1, b_2]^T$  y la matriz de dispersión  $[S]$  tiene la forma

$$[S] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \quad (15)$$

Para los parámetros de dispersión  $S_{ij}$ , si  $a_i = 0$  ( $i \neq j$ ) se tiene

$$S_{jj} = \frac{b_j}{a_j} \quad (j = 1, 2) \quad (16)$$

$$S_{ij} = \frac{b_i}{a_j} \quad (i \neq j; i = 1, 2; j = 1, 2) \quad (17)$$

## 2.4 Carta de Smith

En ingeniería de microondas, en ocasiones es necesario analizar la impedancia en diferentes posiciones de la línea de transmisión. Para esto es posible utilizar un gráfico en el que se muestre la relación que hay entre la impedancia  $Z$  y el coeficiente de reflexión  $\Gamma$  y así la transformación entre impedancia y reflexión se visualiza de una forma más sencilla:

$$\Gamma = \frac{z_L - 1}{z_L + 1} \quad (18)$$

donde  $z_L = Z_L/Z_0$  es la impedancia de carga normalizada,  $Z_L$  es la impedancia de carga y  $Z_0$  es la impedancia característica de la línea de transmisión.

A este gráfico circular con radio unitario en el cual se puede observar la impedancia compleja y coeficiente de reflexión en coordenadas polares se le conoce como *Carta de Smith* (Figura 10). Este es un gráfico de impedancia normalizada a la impedancia característica del circuito, por estándar,  $Z_0 = 50 \Omega$ , punto que corresponde al centro de la *Carta de Smith*. Los círculos concéntricos de radio constante representan la magnitud del coeficiente de reflexión, mientras que el ángulo representa la fase (Pozar, 2011).

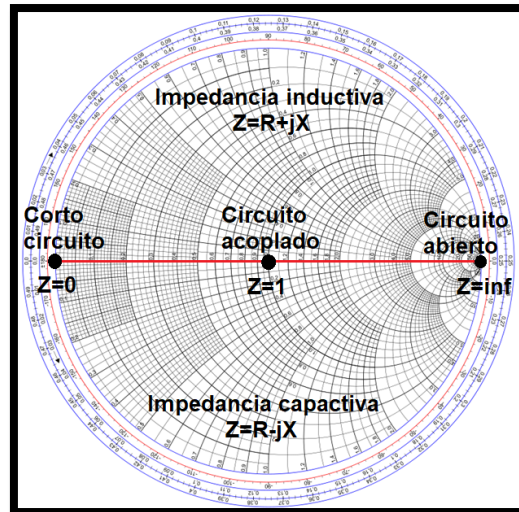


Figura 10. *Carta de Smith.*

La impedancia compleja se localiza utilizando, para la parte real, los círculos de radio constante con centro en el eje horizontal (círculos de resistencia constante) y para la parte imaginaria se utilizan los semicírculos que tienen el centro fuera de la *Carta de Smith* (círculos de reactancia constante). Para el coeficiente de reflexión se utilizan coordenadas polares (Pozar, 2011).

Sobre el eje horizontal en el extremo derecho se tiene impedancia infinita (circuito abierto) y en el extremo opuesto se tiene impedancia cero (corto-circuito). Una vuelta completa a la *Carta de Smith* corresponde a  $\lambda/2$  de longitud eléctrica (Pozar, 2011).

## 2.5 Películas delgadas

En gran parte de la tecnología desarrollada actualmente, se requiere el uso de diversos materiales en forma de capas muy finas y extendidas para diversas aplicaciones como componentes electrónicos. Dichas capas se pueden depositar con grosores inferiores a un micrómetro, a estas capas se les conoce como películas delgadas. Por su tamaño y fragilidad, estas películas son depositadas sobre un sustrato mecánicamente robusto y típicamente de distintas propiedades físicas o químicas. Las películas delgadas se emplean para optimizar las propiedades de los sustratos a los que recubren o la fabricación de dispositivos con propiedades fisicoquímicas específicas y singulares. Un ejemplo de película delgada de

aluminio sobre alúmina se muestra en la Figura 11, los colores más claros en la imagen derecha representan mayor espesor.

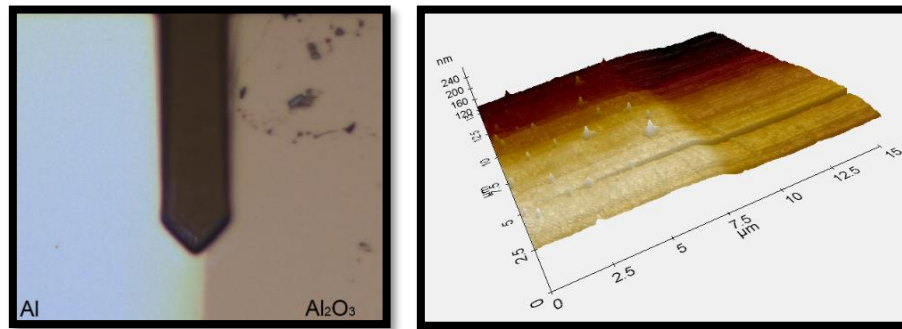


Figura 11. Aluminio (Al) sobre Alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) vista en un microscopio óptico (imagen izquierda) y su imagen de topografía tomada con el AFM (imagen derecha).

### 2.5.1 Técnicas de depósito de películas delgadas

El depósito de películas delgadas es la tecnología que se utiliza para aplicar capas muy delgadas de material, con espesores de entre algunos nanómetros a cientos de micrómetros, sobre un sustrato que se desea recubrir, o sobre otras capas delgadas depositadas con anterioridad (Hughes, 2014).

El depósito de películas delgadas se divide en dos categorías, depósito físico en fase vapor y el depósito químico en fase vapor.

- PVD (por sus siglas en inglés *Physical Vapour Deposition*) hace referencia a un rango amplio de tecnologías en donde el material se libera de una fuente y es depositado en un sustrato utilizando procesos mecánicos, electromecánicos o termodinámicos. Las dos técnicas más comunes de PVD son la de evaporación térmica y de pulverización (conocido por el término en inglés *sputtering*).
- CVD (por sus siglas en inglés *Chemical Vapour Deposition*) es cuando un precursor fluido volátil produce un cambio químico en una superficie dejando una capa depositada químicamente. Este tipo de técnicas produce materiales de mejor calidad y pureza en la industria de semiconductores actuales. Una de estas técnicas de CVD es la de depósito por capas atómicas o ALD (por sus siglas en inglés *Atomic Layer Deposition*)

La técnica de depósito de capas atómicas o ALD para depósito de películas delgadas es una técnica cíclica en donde la superficie es expuesta a varias especies de vapor alternadamente por separado. En cada ciclo, se deposita aproximadamente una monocapa del material. La Figura 12 Muestra el ciclo típico que consiste en cuatro pasos: 1.-liberación de un precursor, 2.-evacuación de las especies no adsorbidas, 3.-liberación del precursor oxidante y 4.-nuevamente la evacuación de las especies no adsorbidas. Este ciclo se repite hasta obtener el espesor deseado (Knoops et al., 2015).

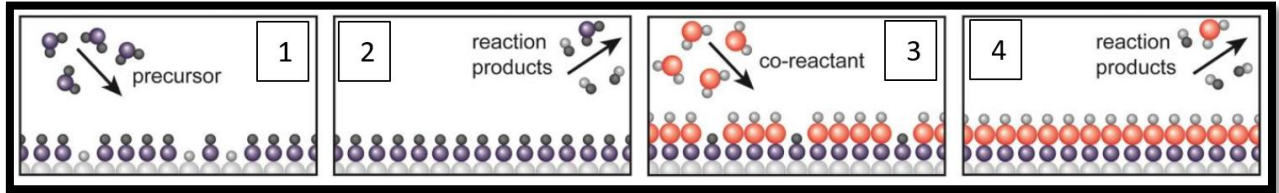


Figura 12. Ciclo de ALD.

## 2.6 Circuitos de RF/Microondas

Por otro lado, el diseño de elementos de circuitos de RF y microondas se ha incrementado debido a la demanda cada vez mayor de sistemas de comunicaciones electrónicas, alta transferencia de datos, alta velocidad de procesamiento de computadoras, etc. Algunos ejemplos de circuitos de RF/microondas más comunes y utilizados son líneas de transmisión, antenas, filtros, resonadores, acopladores, amplificadores, osciladores, y su uso está más enfocado en aplicaciones de comunicaciones electrónicas, como se muestra en la Figura 13.



Figura 13. Ejemplos de circuitos de RF/microondas más comunes.

Otra aplicación que ha venido cobrando gran importancia en los últimos años es la utilización de circuitos y métodos de microondas para el análisis de materiales en general, alimentos, muestras biológicas y monitoreo de procesos industriales (Rodríguez-moré et al., 2018), como se muestra en la Figura 14, ya que el conocimiento de las propiedades de los materiales en frecuencias de microondas redonda en un mejor diseño de los sistemas de comunicaciones así como en aplicaciones emergentes como diseños de radares de corto alcance, monitoreo médico, diagnóstico y tratamiento de enfermedades, procesamiento eficiente de alimentos, entre otras (Parra Fuentes, 2018).

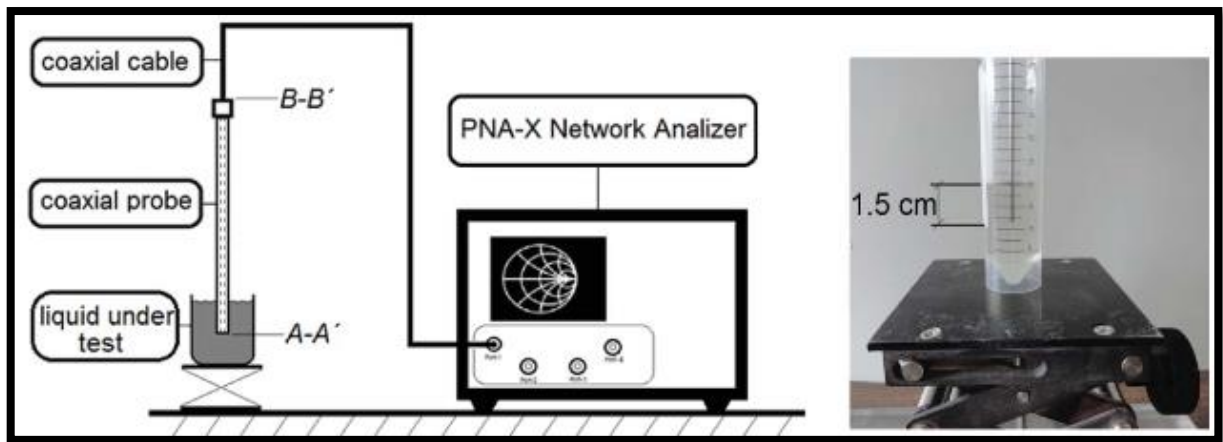


Figura 14. Análisis de líquidos mediante prueba coaxial.

## 2.7 Métodos de medición y análisis de materiales en RF/microondas

Es posible analizar y caracterizar materiales en rangos de RF y microondas empleando métodos resonantes que utilizan el fenómeno de la resonancia electromagnética, así como también usando métodos no resonantes que utilizan los fenómenos de reflexión y/o transmisión para realizar las mediciones. Tanto los métodos resonantes como los no resonantes se pueden llevar a cabo utilizando líneas de transmisión de microcinta, guías de onda, líneas coaxiales o espacio libre (Chen et al., 2004).

Los parámetros de los materiales que se pueden analizar utilizando estas técnicas y métodos en RF y microondas son permitividad, permeabilidad y conductividad complejos.

### 2.7.1 Métodos no resonantes

En los métodos no resonantes, las propiedades de los materiales son deducidas fundamentalmente por la impedancia y la velocidad de fase que presente la señal electromagnética (EM) cuando interactúa con los materiales. Cuando una onda se propaga entre dos materiales distintos, la impedancia característica de la onda y la velocidad de onda cambian, resultando en una reflexión parcial de la onda electromagnética en la interfaz entre los dos materiales. Mediciones de la reflexión producida en dicha interface y la transmisión a través de la interface puede proveer información para la deducción de la relación de la permitividad y permeabilidad entre los dos materiales, o de conductividad cuando el material bajo prueba es conductor (Chen et al., 2004).

Los métodos no resonantes incluyen principalmente métodos de medición por reflexión y por transmisión/reflexión. En el método por reflexión, las propiedades de los materiales son calculadas en función del coeficiente de reflexión producido por el material, y en los métodos por transmisión/reflexión, las propiedades de los materiales son calculadas a partir de la reflexión de la muestra y la transmisión a través de ella (Chen et al., 2004).

#### 2.7.1.1 Método por reflexión

Generalmente, el método por reflexión es más utilizado que el de reflexión/transmisión combinados, ya que hace uso de sólo un puerto, requiriendo de análisis y equipo de medición más sencillos. Desde el punto de vista de una línea de transmisión, en el método por reflexión, la muestra bajo prueba es introducida en alguna posición de la línea de transmisión, de esta forma la impedancia de entrada de la línea de transmisión cambia. Las propiedades de la muestra son determinadas gracias a la reflexión creada por la discontinuidad de la carga. Generalmente, reflexión por terminación en circuito abierto y reflexión por terminación en corto circuito, se pueden emplear en el método por reflexión, como se muestra en la Figura 15 (Chen et al., 2004).

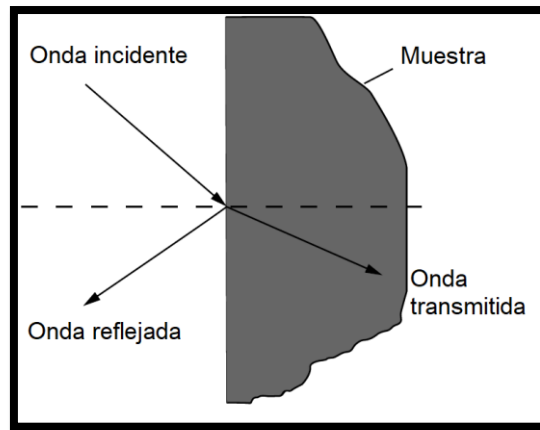


Figura 15. Imagen de método por reflexión.

En el método por reflexión, la sonda o sensor para realizar las mediciones está hecho a partir de una línea de transmisión que puede ser de cualquier tipo (microcinta, coaxial, guía de onda, etc.). Para satisfacer requerimientos especiales de medición, las sondas son fabricadas con materiales y dimensiones particulares. Aunque compartan el mismo principio de funcionamiento, sondas con diferentes diseños requieren diferentes cálculos para determinar las características de la muestra (Chen et al., 2004).

### 2.7.2 Métodos resonantes

En este tipo de métodos, la muestra sirve como resonador o parte clave del circuito resonante. Los métodos resonantes usualmente tienen mayor sensibilidad (por lo tanto, mayor precisión), y son más adecuados para muestras con bajas pérdidas (valores de  $\varepsilon''$  bajos) (Chen et al., 2004). Los métodos resonantes generalmente incluyen el método de resonador y el método de perturbación de resonancia. El método del resonador está basado en el hecho de que la frecuencia resonante y factor de calidad  $Q$  de un resonador dieléctrico con dimensiones dadas son determinadas por su permitividad y permeabilidad. Este método es utilizado para medir dieléctricos con bajas pérdidas. El método de perturbación de resonancia está basado en la teoría de que, al introducir un material a un sistema resonante, este cambia sus características de resonancia. Para un resonador con límites electromagnéticos dados, cuando parte de las condiciones de este límite electromagnético es modificada al introducir una muestra, su frecuencia de resonancia y factor de calidad  $Q$  cambian. De los cambios de frecuencia de resonancia y factor de calidad  $Q$  se pueden deducir las propiedades de la muestra (Chen et al., 2004).



### 2.7.2.1 Método de perturbación de resonancia

En el método de perturbación de resonancia la muestra es insertada en el resonador, y las propiedades de la muestra se calculan a partir de los cambios en la frecuencia de resonancia y el factor de calidad  $Q$  del resonador al ser perturbado (Chen et al., 2004).

Existen tres tipos de perturbación de resonancia, perturbación por material, perturbación por forma de la cavidad y perturbación por pared de impedancia. La más utilizada para caracterización de materiales es la técnica de perturbación de resonancia por material. La perturbación por material puede ser debida a que todo el medio original es cambiado por un medio diferente o también puede hacerse al colocar una muestra pequeña del material en la sonda (Chen et al., 2004), como se muestra en la Figura 16.

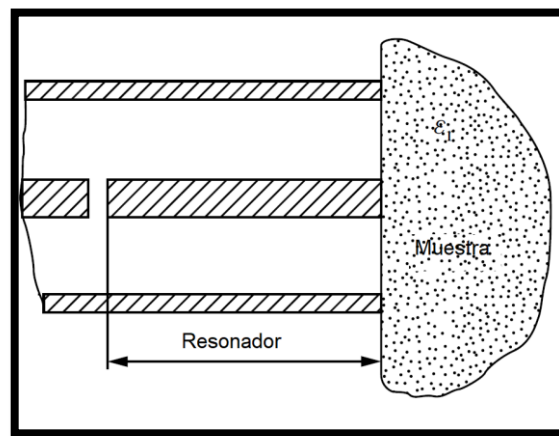


Figura 16. Sonda resonador coaxial con muestra en extremo.

## 2.8 Técnicas de caracterización de películas delgadas

### 2.8.1 Microscopia de barrido por sonda

Se conoce como Microscopía de barrido por sonda (SPM, por sus siglas en inglés, *scanning-probe microscopy*) a la familia de microscopías que emplean una sonda para analizar el material con precisión a escala atómica. Dentro de esta familia se encuentran las microscopías de efecto túnel (STM por sus siglas en inglés *scanning-tunneling microscopy*), Microscopía de barrido de campo cercano (SNOM por sus siglas en inglés *scanning near-field microscopy*) y la microscopía de fuerza atómica (AFM del inglés *atomic-force microscopy*) (Salapaka y Salapaka, 2008).

### 2.8.1.1 Microscopía de fuerza atómica (AFM)

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) es un instrumento que utiliza la deflexión de una sonda constituida por una punta que se encuentra en el extremo de un cantiléver, esta deflexión de la sonda es generada por la interacción con la superficie de la muestra. Las mediciones son realizadas mediante el reflejo de un láser en la parte posterior de la sonda, el cual al ser reflejado incide en un fotodetector que manda la información al controlador del microscopio para poder generar la imagen como se aprecia en la Figura 17 (López y Solares, 2014).

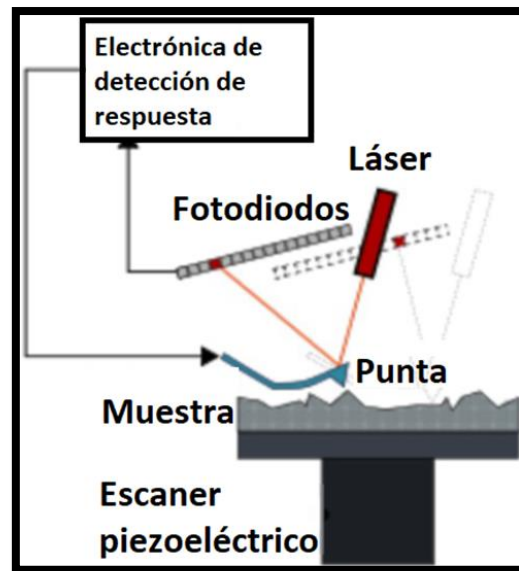


Figura 17. Diagrama general del AFM.

El principio de funcionamiento de un AFM es el mismo principio que el de una báscula de resorte la cual obedece la ley de Hooke:

$$F = k_z \Delta z \quad (19)$$

A diferencia de la báscula, en lugar de utilizar un resorte, el AFM utiliza un “cantiléver” con el cual es posible detectar flexiones en el rango de 0.1 Angstrom con una sensibilidad de fuerza en el orden de nanoNewtons (nN) (López y Solares, 2014).

## 2.9 Métodos de operación del AFM

El Microscopio de Fuerza Atómica puede ser operado en los siguientes modos de medición: modo de contacto, modo de no contacto y modo de contacto intermitente, los cuales se describen a continuación.

### 2.9.1 Modo de contacto

También llamado modo estático. En este modo la punta de la sonda se encuentra en contacto constante con la muestra (López y Solares, 2014). A medida que la punta barre la superficie de la muestra, el cantiléver sufre deflexiones causadas por la topografía de la superficie, las cuales son detectadas por el fotodetector. El sistema de control del AFM permite configurar la fuerza normal con la que hace contacto el cantiléver sobre la muestra y mantenerla constante durante todo el tiempo que dura el barrido.

### 2.9.2 Modo de no contacto

Este es un modo de tipo dinámico en el cual el cantiléver se hace vibrar a una frecuencia cercana a su frecuencia de resonancia libre (López y Solares, 2014). Las fuerzas que predominan en este modo son las fuerzas de atracción. El sistema de control permite mantener constante la distancia entre la punta y la muestra durante todo el tiempo que dura el barrido.

### 2.9.3 Modo de contacto intermitente

Este es un modo de tipo dinámico, también conocido como *"tapping"* en inglés, en donde el cantiléver se hace vibrar con una amplitud modulada en el rango nanométrico (entre 5 nm y 200nm) (López y Solares, 2014). Durante el barrido del cantiléver sobre la muestra, la punta hace contacto intermitente, como se muestra en la Figura 18.

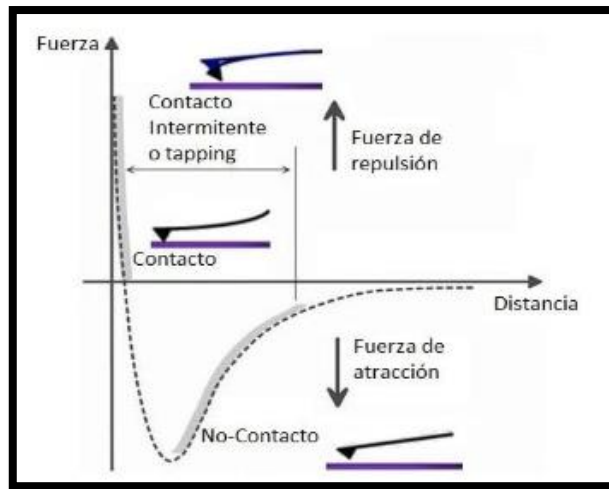


Figura 18. Gráfica distancia-fuerza cantiléver. Muestra las fuerzas en los diferentes modos de operación del AFM.

Las fuerzas que experimenta el cantiléver (Figura 18) dependen de la distancia con respecto de la muestra. A mayor distancia el cantiléver experimenta fuerzas de largo alcance principalmente atribuidas a las fuerzas de *van der Waals*, conforme disminuye la distancia entre la punta y la superficie se experimentan fuerzas químicas de corto alcance a las cuales también se le añaden, las fuerzas capilares, fuerzas electrostáticas y magnéticas. Cuando la punta se acerca más a la muestra empieza a experimentar fuerzas de repulsión de *Pauli* (López y Solares, 2014).

#### 2.9.4 Microscopia de microondas de campo cercano

En la actualidad existen distintos tipos de microscopios de microondas de campo cercano o SMM (por sus siglas en inglés *Scanning Microwave Microscopy*) los cuales son capaces de obtener parámetros físicos de los materiales, entre los que se encuentran la conductividad, resistividad, permitividad, y permeabilidad.

El microscopio de microondas consiste principalmente en una sonda, un sistema de medición de microondas y un sistema para la generación de imágenes. La sonda en los microscopios de microondas de campo cercano se utiliza para transmitir una señal de microondas a la muestra y a su vez recolectar la señal reflejada por la muestra. Dependiendo de la sonda utilizada, existen, generalmente, dos tipos de microscopios de microondas de campo cercano: los no resonantes y los resonantes. En los no resonantes, la sonda es utilizada para obtener los cambios en la reflexión debido a la muestra.

Los microscopios de microondas de campo cercano que utilizan la técnica resonante basan su operación en la teoría de resonancia perturbada. En este tipo de microscopios, la sonda forma parte de un resonador, que, en la presencia de una muestra, la frecuencia de resonancia se ve modificada; gracias a este cambio en la resonancia, como se observa en la Figura 19, es posible deducir las propiedades de los materiales bajo prueba. Usualmente, este tipo de microscopios tienen mejor resolución y sensibilidad que los microscopios no resonantes (Chen et al., 2004).

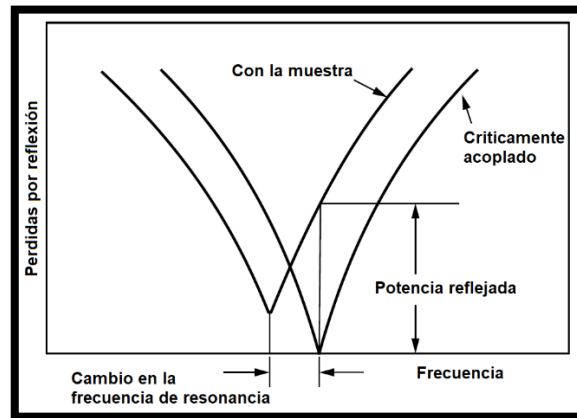


Figura 19. Cambio en la frecuencia de resonancia y reflexión debido a la muestra.

Como se mencionó anteriormente, existen diferentes tipos de sonda posibles a implementar, ya sea coaxiales, guías de onda, o microcintas, estas últimas pueden ser utilizadas en un microscopio de fuerza atómica para convertirlo en un microscopio de microondas de campo cercano. Para esto también debe añadirse un sistema de medición de microondas como lo sería un analizador de redes vectorial.

Como se muestra en la imagen de la Figura 20, al acercar la sonda resonante a la muestra, el campo electromagnético de la sonda en circuito abierto se modifica acoplándose eléctricamente a la muestra, y por esto la frecuencia de resonancia original cambia. Para incrementar la resolución en las mediciones, el extremo abierto del resonador es afilado, como una punta, y se considera como un dipolo. Cerca de su frecuencia de resonancia, el resonador puede modelarse como un circuito LCR en serie, y al acercarle la muestra, ésta se acopla al circuito como un elemento capacitivo (Chen et al., 2004).

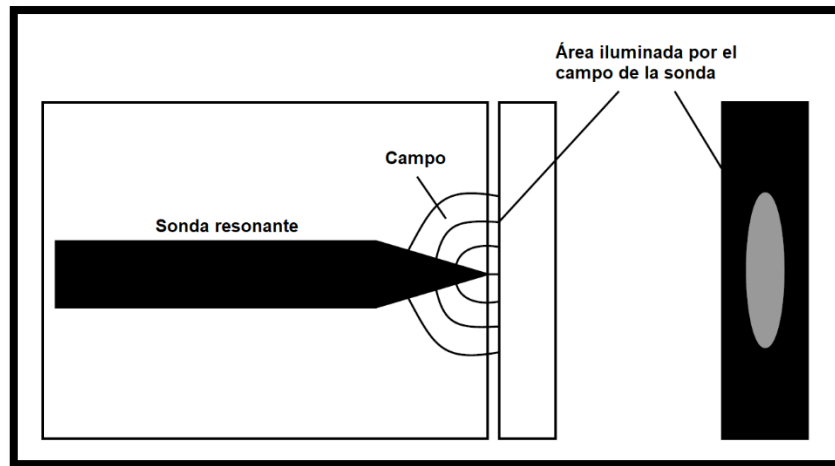


Figura 20. Interacción entre el campo eléctrico de la sonda y la muestra.

## 2.10 Fuentes de incertidumbre

El propósito de una medición es determinar el valor de una magnitud, llamada mensurando, que es el atributo sujeto a medición de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente. La definición del mensurando es vital para obtener buenos resultados de la medición.

La imperfección natural de la realización de las mediciones hace imposible conocer con certeza absoluta el valor verdadero de una magnitud: toda medición lleva implícita una incertidumbre que, de acuerdo al VIM (Vocabulario Internacional de Metrología), es un parámetro que caracteriza la dispersión de los valores que pueden ser atribuidos razonablemente al mensurando.

Las fuentes de incertidumbre provienen de diversos factores involucrados en la medición, por ejemplo (Schmid y Lazos Martínez, 2000):

- Los resultados de la calibración del instrumento.
- La incertidumbre del patrón o del material de referencia.
- La repetitividad de las lecturas.

- La reproducibilidad de las mediciones por cambio de observadores, instrumentos u otros elementos.
- Características del propio instrumento, como resolución, histéresis, deriva, etc.
- Variaciones de las condiciones del propio mensurado.
- El modelo particular de la medición.
- Variaciones en las magnitudes de influencia.

No es recomendable desechar alguna de las fuentes de incertidumbre por la suposición de que es poco significativa sin una cuantificación previa de su contribución, comparada con las demás, apoyada en mediciones. Es preferible la inclusión de un exceso de fuentes que ignorar algunas, entre las cuales pudiera descartarse alguna importante. No obstante, siempre estarán presentes efectos que la experiencia, conocimientos y actitud crítica del metrologo, que permitirán calificar como irrelevantes después de las debidas consideraciones (Schmid y Lazos Martínez, 2000).

### Capítulo 3. Modelado, simulación y fabricación

Para la realización de este trabajo de tesis, primero se analizó la respuesta de los componentes del AFM, en función de la frecuencia, para comprender su comportamiento e identificar posibles mejoras en el sistema de medición a implementar. Para esto se realizaron modelos electromagnéticos en 3D de las partes que tentativamente serían utilizadas para realizar las mediciones. Los componentes analizados son: HEM (*head-extension-module* por sus siglas en inglés), el portachip y el chip que es la parte del sistema que contiene al cantiléver con la punta conductiva (Figura 21). Las dimensiones para el modelo 3D del HEM y el portachip se obtuvieron midiéndolos directamente, para las dimensiones del chip se utilizaron los datos técnicos proporcionados por la página del fabricante *BudgetSensors* (TED PELLA, 2020).

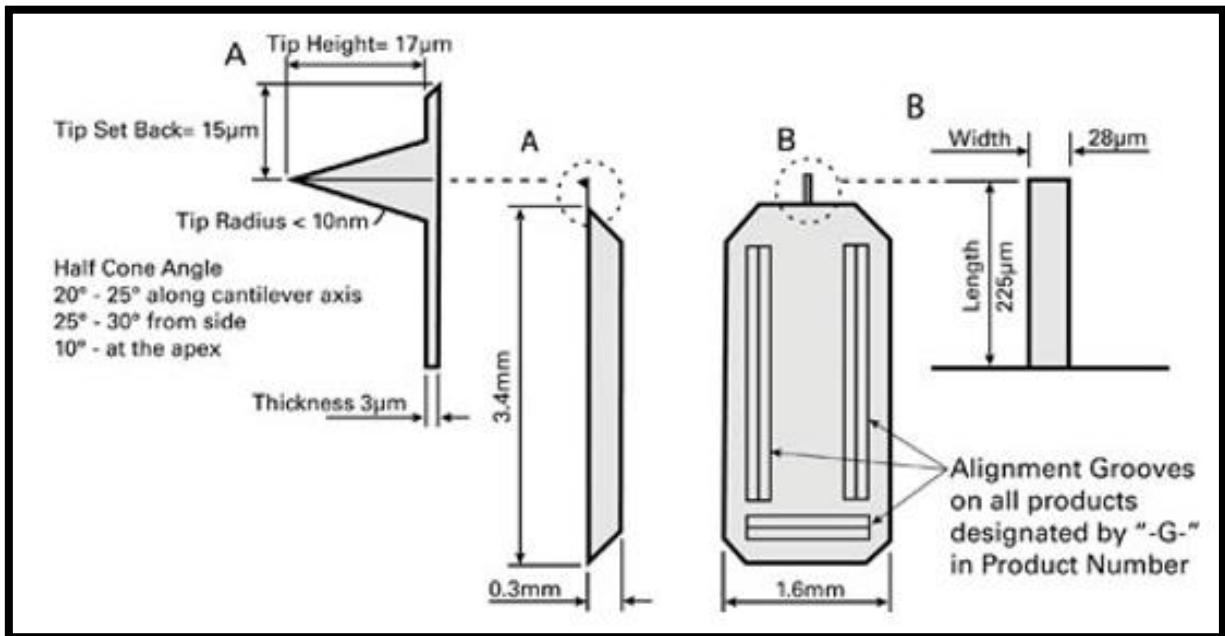


Figura 21. Dimensiones del Chip ElectriMulti75-G utilizado (TED PELLA, 2020).

El material utilizado para la simulación del HEM es FR4, con pistas de cobre y conector SMA; la cubierta del HEM se configuró de aluminio. El modelo del portachip se configuró de silicio recubierto de níquel y el chip y la punta de silicio recubierto de platino.

Todos los modelos y simulaciones en 3D se hicieron en el programa de simulación electromagnética (Ansys HFSS, 2020) que utiliza el método de elementos finitos para realizar los cálculos. Las simulaciones de los HEM y portachip se realizaron en un ancho de banda de 0.5 GHz a 6 GHz con 1200 puntos (pasos de 4.58



MHz) con mallado automático e impedancia de los puertos (*lumped ports*) de  $50\ \Omega$ . La Figura 22 y la Figura 23 muestran los elementos en el simulador para su análisis

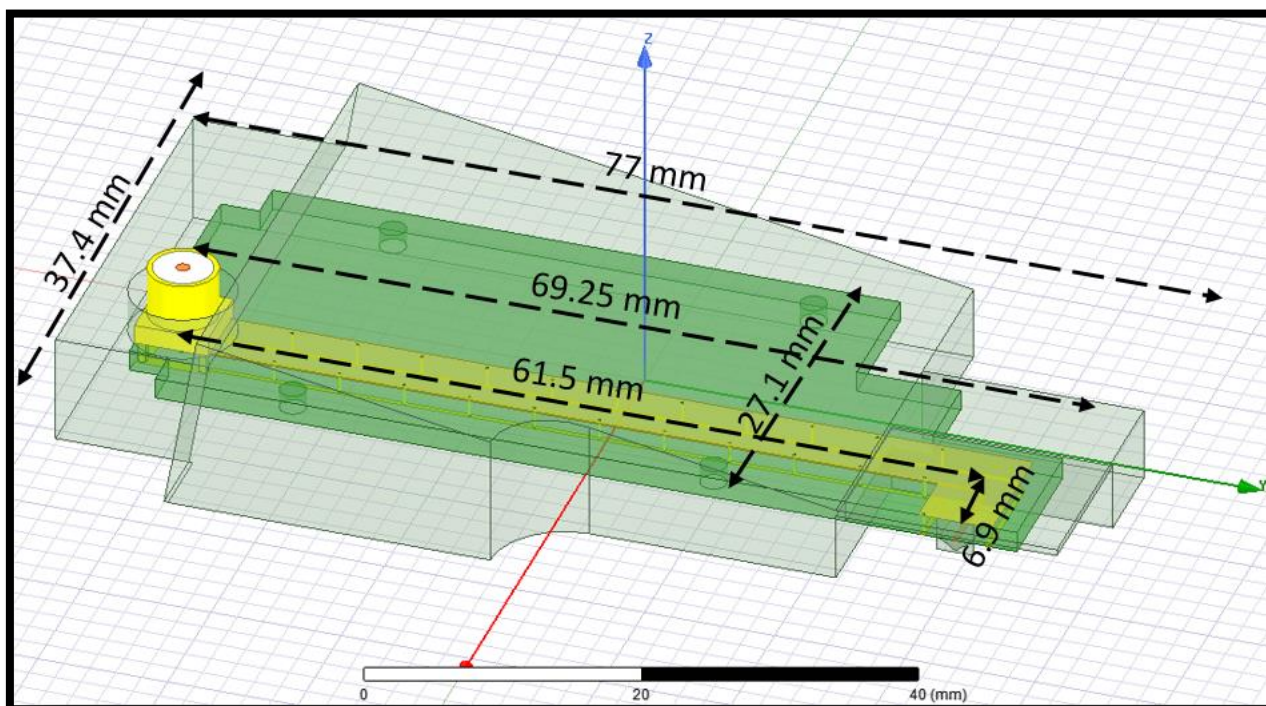


Figura 22. Modelo en Ansys-HFSS del HEM con cubierta metálica.

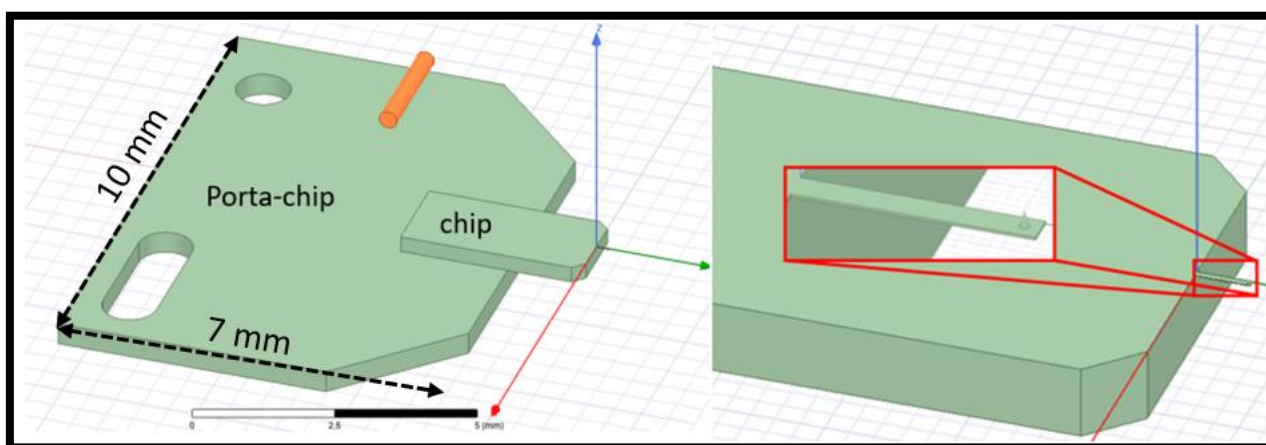


Figura 23. Modelos en Ansys-HFSS de Portachip, chip y cantiléver con punta.

Adicionalmente a la simulación EM, los componentes originales del AFM se midieron experimentalmente utilizando el analizador de redes vectorial modelo *MS2030SC* de *Anritsu*. Los resultados de la simulación y las mediciones son comparados entre sí para comprobar la confiabilidad del modelo realizado y modelos futuros, como se muestra en la Figura 24.

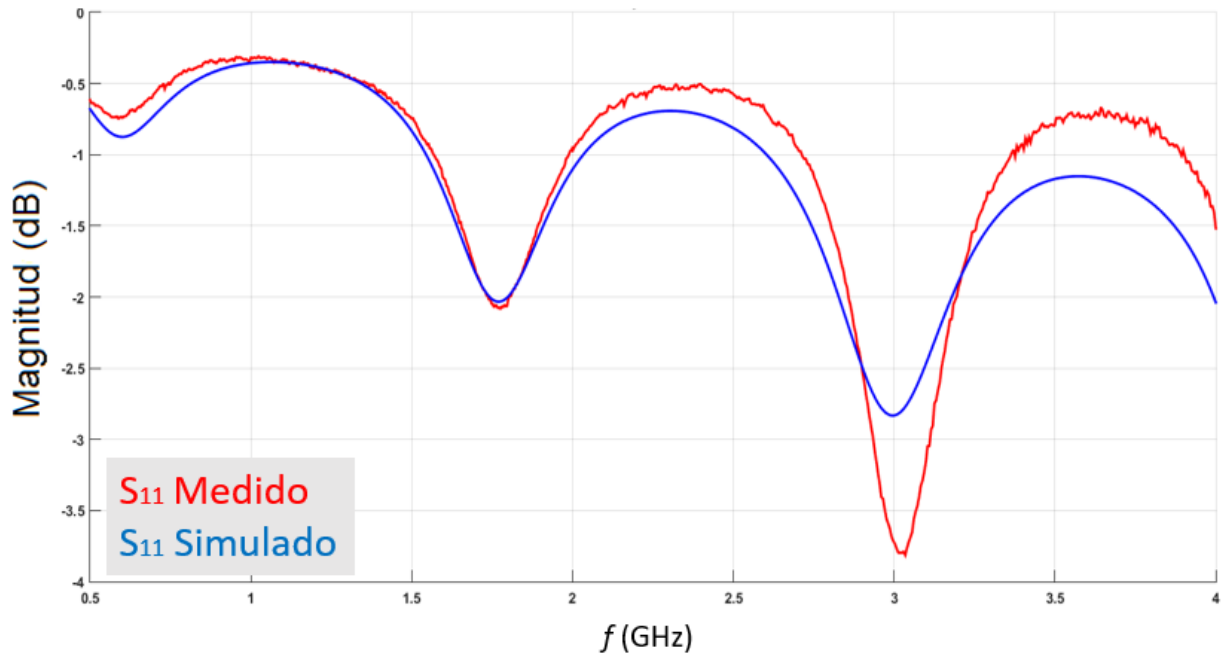


Figura 24. Magnitud del coeficiente de reflexión  $S_{11}$  del HEM sin cubierta metálica, simulado y medido.

De la Figura 24 se observa que existe gran coincidencia entre la simulación y medición del HEM lo que da confiabilidad al modelo realizado y a futuros modelos. Utilizando este modelo realizado de la estructura HEM, se le agrego un puerto de  $50\ \Omega$  para poder conocer los parámetros de transmisión  $S_{21}$  y reflexión  $S_{11}$  aproximados de este dispositivo, los cuales se muestra en la Figura 25.

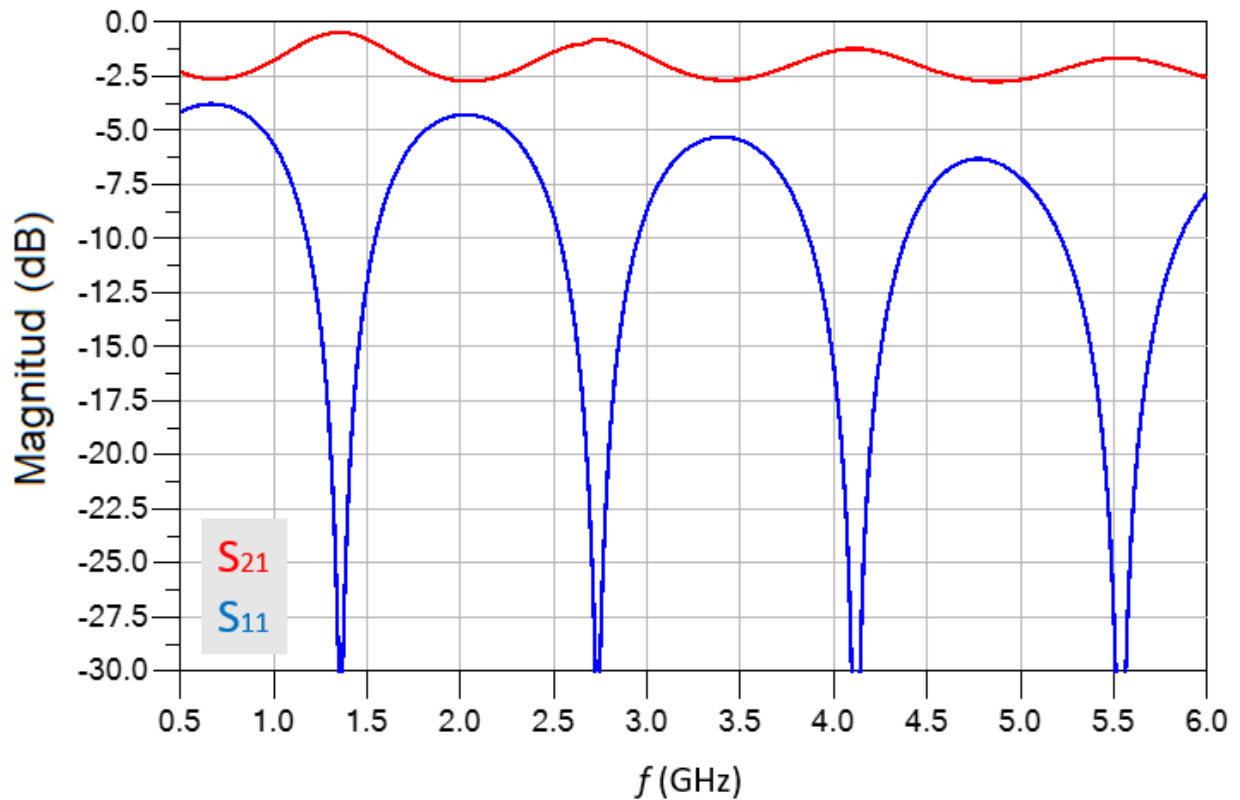


Figura 25. Transmisión  $S_{21}$  y reflexión  $S_{11}$  del HEM original simulado.

Al observar el comportamiento de la gráfica de la Figura 25 se puede concluir que el HEM original no es apto para realizar las mediciones, debido a que tiene pérdidas de transmisión que sobre pasan los 2.5 dB, lo que significa que la línea de transmisión tiene una impedancia diferente a  $50 \Omega$ , esto sumado a la falta de un conector coaxial, en uno de sus extremos, que opere a  $50 \Omega$ , es razón por la cual se optó por diseñar módulos HEM sin estas limitantes para poder realizar mediciones resonantes y no resonantes.

Para diseñar los HEM que se utilizaron para aplicar las mediciones con técnicas resonantes y no resonantes, en modelado, simulación y fabricación, se utilizó el sustrato dieléctrico *Ultralam UL-2000* de (Rogers Corp., 2020) con un espesor de 1.524 mm, con permitividad relativa  $\epsilon_r = 2.6$  y una constante de perdidas  $\tan \delta = 0.0022$ . Para evitar resonancias parasitas se optó por un diseño de guía de onda coplanar con plano de tierra, con el objetivo de reducir el campo eléctrico que interactúa con la cubierta metálica (Pozar, 2011).

El módulo utilizado para mediciones mediante la técnica de reflexión consta solamente de una guía de onda coplanar con plano de tierra con una impedancia característica  $Z_0 = 50 \Omega$  (Pozar, 2011). En un

extremo tiene acoplado un conector SMA de forma coaxial para conectarse con el VNA y en el otro extremo tiene acoplado de forma coaxial un conector tipo UFL para poder conectarse con el portachip, como se observa en la Figura 27.

Antes de fabricar el HEM para el método por reflexión se comparó la respuesta en transmisión en simulación de este nuevo modelo de HEM con el modelo anterior (Figura 22), los resultados se muestran en la gráfica de la Figura 26, en donde se pueden observar los parámetros de transmisión  $S_{21}$  del HEM original y el HEM diseñado para mediciones por reflexión.

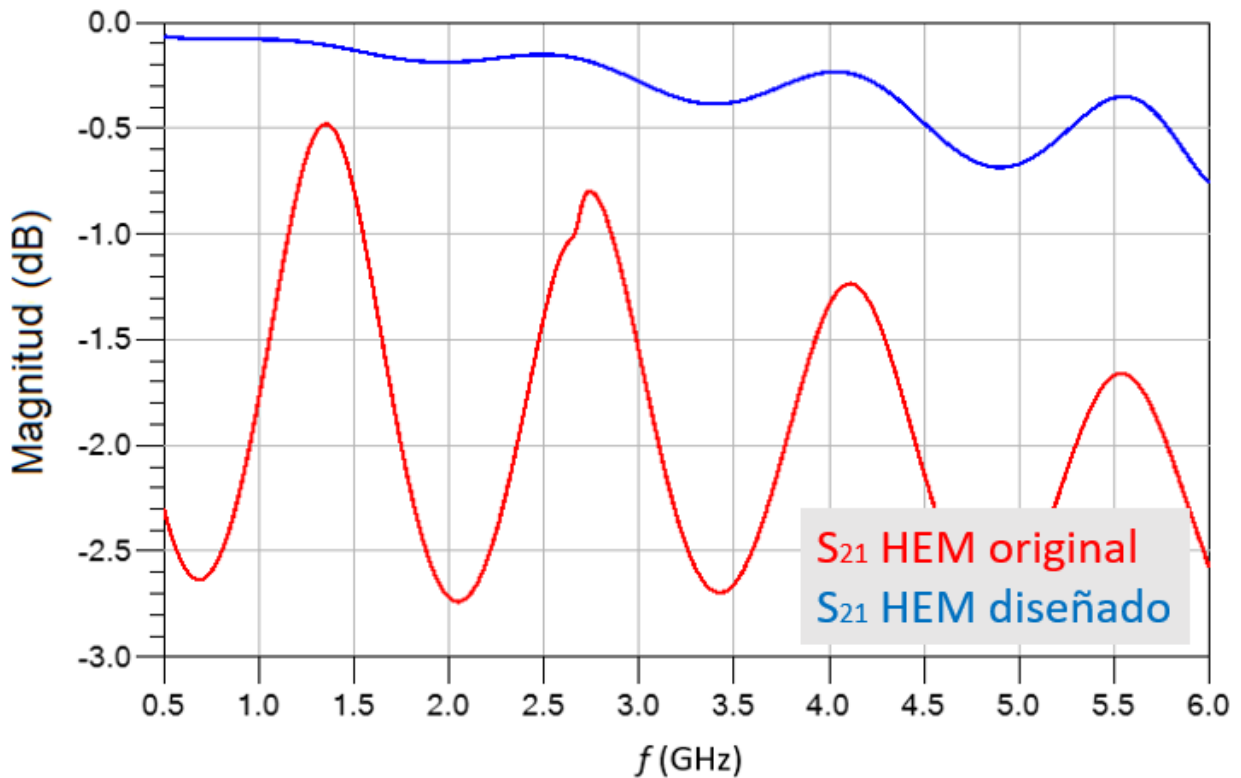


Figura 26. Gráfica de parámetros  $S_{21}$  del HEM original y el HEM para mediciones no resonantes.

Se puede observar que con el nuevo modelo el cual se muestra en la Figura 27, se mejoró la respuesta en transmisión del HEM, reduciendo las pérdidas de transmisión a 0.7 dB en el extremo de 6 GHz. Los circuitos fueron fabricados con método de desbaste utilizando una máquina *LPKF Protomat S103*.

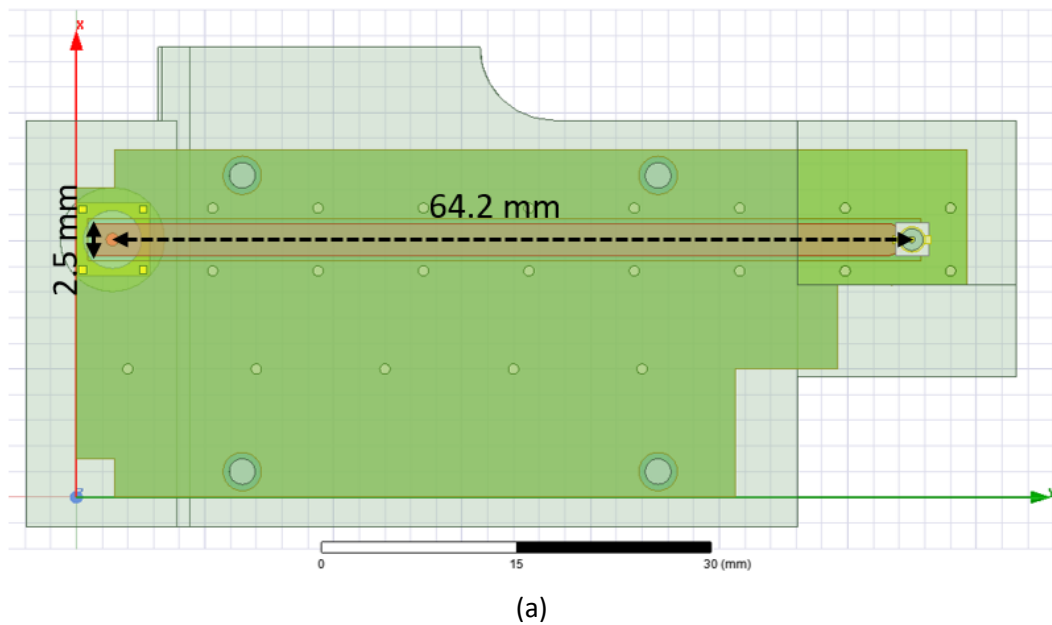
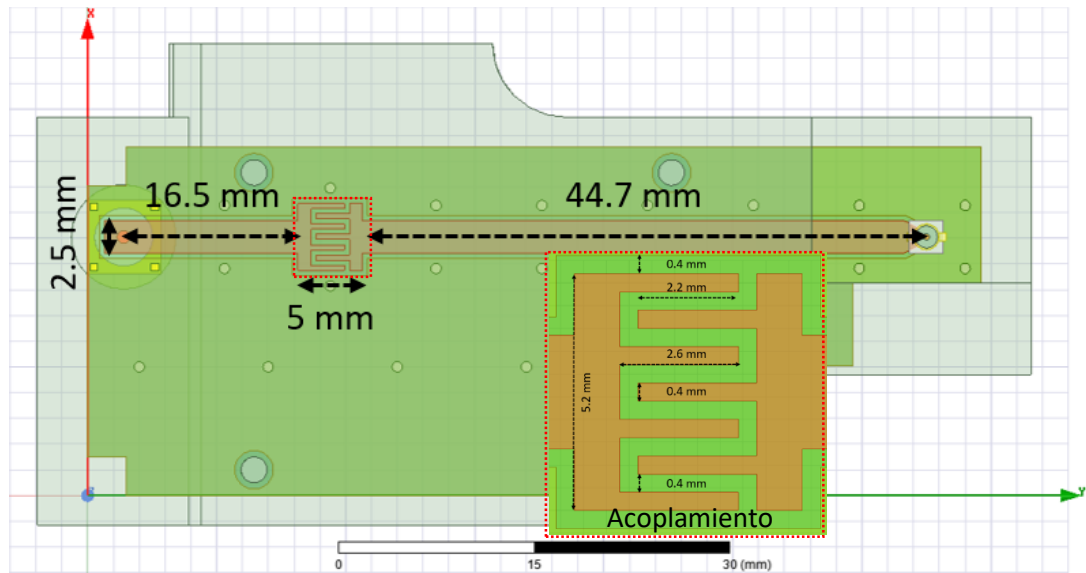


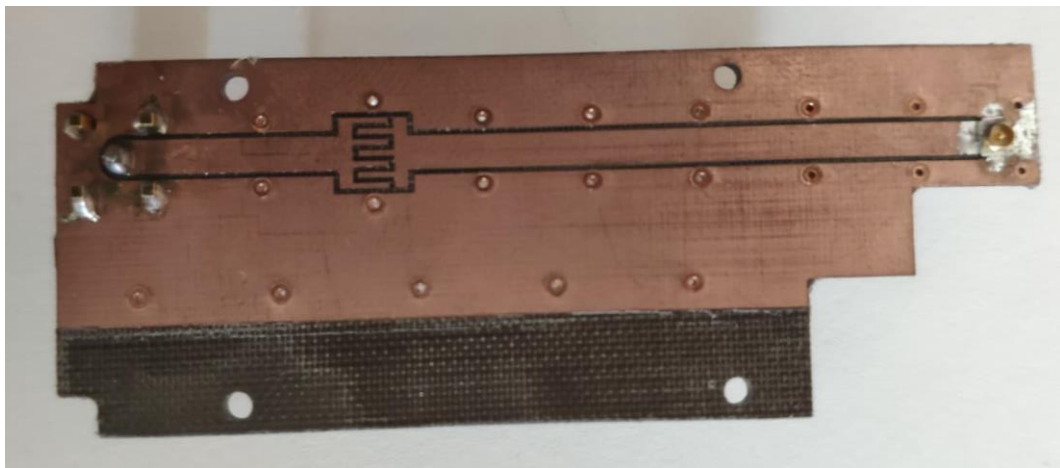
Figura 27. HEM No Resonante propuesto a) en simulación, b) fabricado. La separación entre la línea de transmisión y el plano de tierra es de 0.4 mm y la longitud de la línea de transmisión es de 64.2 mm, el diámetro de los postes es de 0.8 mm y la separación entre ellos de 8 mm para los cercanos a la línea de transmisión y 10 mm para los externos.

El módulo utilizado para mediciones mediante la técnica resonante (Figura 28) consta de una línea coplanar con plano de tierra con una impedancia característica de  $50 \Omega$  acoplada con otra sección de línea que funciona como parte del resonador, que al conectarse por medio del puerto UFL y un cable coaxial al portachip forma un resonador con extremo en circuito abierto de longitud  $\lambda_g$  a la primera frecuencia a utilizar en este trabajo. La longitud de la sección de línea de transmisión del HEM que forma parte del resonador se eligió de esta forma, para que el cable coaxial que conecta el HEM al portachip fuera lo más corto posible, 3 cm distancia a la que se encuentran los conectores entre sí, todo esto resonando a la frecuencia deseada en el modo 1, 2 GHz. El acoplamiento de línea de entrada al resonador es eléctrico por

medio de una estructura de capacitor interdigital la cual se diseñó de manera empírica a partir de un análisis paramétrico variando la longitud de los dedos del capacitor para obtener una  $Q_L \cong 50$  en la resonancia del modo 1, valor que resulta en un buen compromiso entre precisión y pérdidas en todo el sistema, por otra parte capacitancia en serie obtenida es de  $C = 0.0976$  pF (Alley, 1970).



(a)



(b)

Figura 28. HEM Resonante propuesto, a) en simulación, b) fabricado. La separación entre la línea de transmisión y el plano de tierra es de 0.4 mm, la separación entre los 7 dedos del capacitor interdigital es de 0.4 mm y la longitud de los dedos es de 2.6 mm, la separación entre los conectores es de 64.2 mm siendo la sección más corta de 18.2 mm de largo y la que forma parte del resonador (las más larga) de 46 mm de longitud, el diámetro de los postes es de 0.8 mm y la separación entre ellos de 8 mm para los cercanos a la línea de transmisión y 10 mm para los externos.



Es importante comentar que junto con el modo 1 ( $\lambda_g$ ) correspondiente a una frecuencia de resonancia aproximada de 2 GHz, también se realizaron mediciones utilizando las resonancias armónicas correspondientes a los modos fundamental y de orden superior 2 y 3 ( $\lambda_g/2, 3\lambda_g/2, 2\lambda_g$ , respectivamente) que se encuentran comúnmente en los resonadores con terminación en circuito abierto.

Inicialmente, se configuraron los parámetros  $S$  del sistema *HEM + cable + portachip + punta* por bloques en ADS, como se muestra en la Figura 29, usando el diseño del portachip original; sin embargo, para tener un control mayor sobre las longitudes eléctricas de cada parte, se optó por diseñar y fabricar un portachip que se acoplara a las necesidades del sistema.

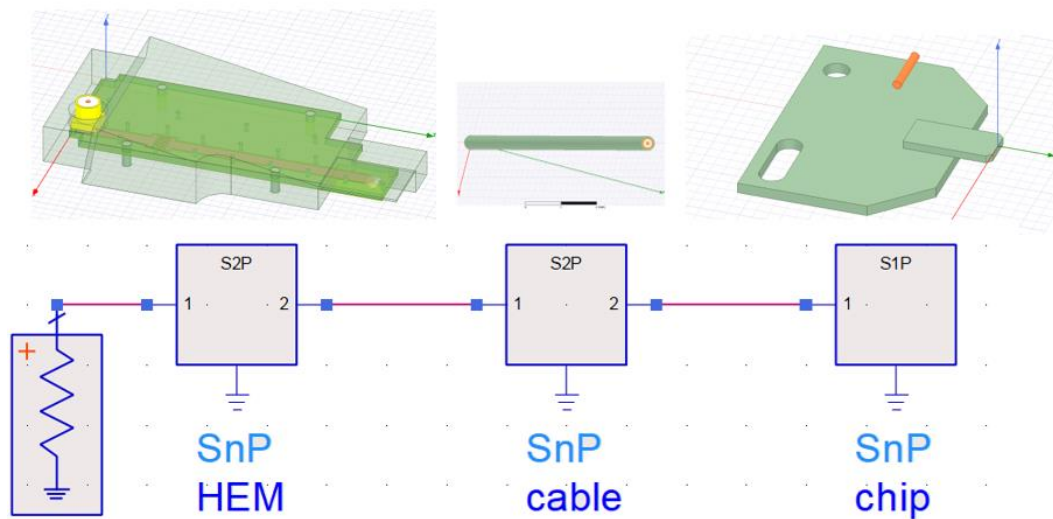


Figura 29. Sistema HEM + Cable + portachip/chip.

El portachip propuesto se diseñó (Figura 30) para tener mayor control de la transmisión de la onda electromagnética a la punta. Para este diseño se utilizó el material *Rogers RT/Duroid 6006* con un espesor de 0.635 mm, permitividad relativa  $\epsilon_r = 6.15$  y una constante de pérdidas  $\tan \delta = 0.0027$ . El diseño se implementó con una sección de línea de microcinta con una longitud aproximada de 6 mm ( $< \lambda/10$ ) que va de  $50 \Omega$  (0.9 mm de ancho) a  $30 \Omega$  (2 mm de ancho); esta última impedancia fue necesaria para poder tener el ancho suficiente en la pista para poder adherirle el chip con pintura de plata. Al ser la longitud de la línea de microcinta del portachip menor a  $\lambda/10$  (en el material utilizado) no se consideró necesario realizar un diseño riguroso de la adaptación de impedancias.

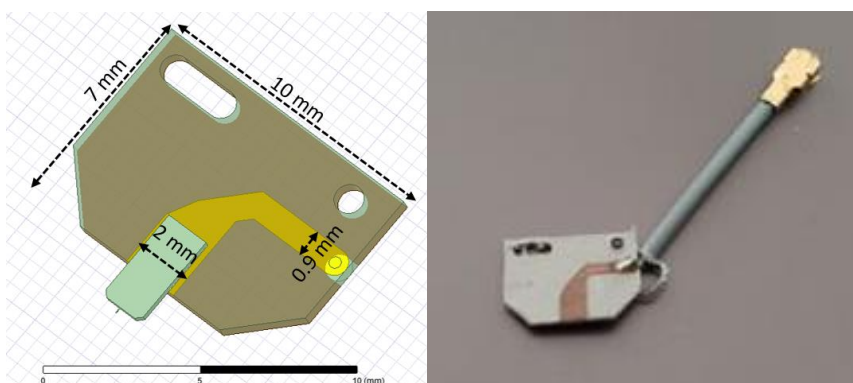


Figura 30. Portachip propuesto, a) en simulación, b) fabricado con cable coaxial con conector UFL macho. La longitud aproximada de la línea de transmisión es de 6 mm y el largo del cable de 30 mm.

Los circuitos se fabricaron utilizando el equipo *ProtoMat S103* de *LPKF* (Figura 31), posteriormente se añadieron los conectores SMA y UFL y se colocaron los postes a mano.

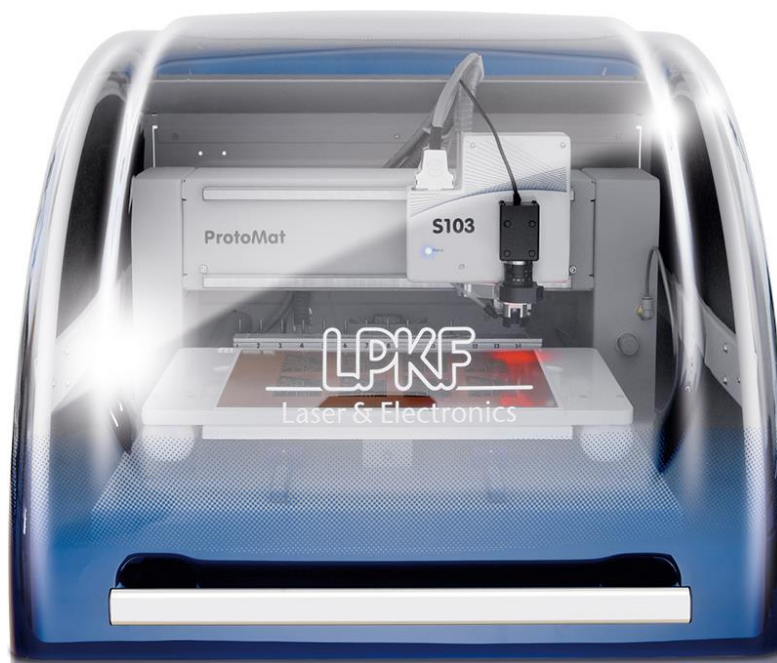


Figura 31. *ProtoMat S103* de *LPKF* utilizado para la fabricación de los HEM



## Capítulo 4. Montaje del sistema

---

Las mediciones se realizaron utilizando el Analizador de Redes Vectorial (VNA) *MS2030SC de Anritsu* y el microscopio de fuerza atómica (AFM) *XE-70 de Park Systems*, la punta conductiva *ElectriMulti75-G* en conjunto con el portachip y módulos HEM fabricados.

El microscopio de fuerza atómica *XE-70 de Park Systems* que se encuentra en el laboratorio de Nanocaracterización en las instalaciones de CNYN - UNAM que se muestra en la Figura 32 cuenta con una cubierta protectora interior de acrílico y una exterior metálica, esta última con un orificio en la parte posterior para la conexión entre el AFM y su controlador; en la parte frontal cuenta con una puerta la cual se utiliza para acceder al microscopio para manipular el cabezal, la altura del microscopio óptico y colocar y modificar la posición x-y de la muestra a medir.

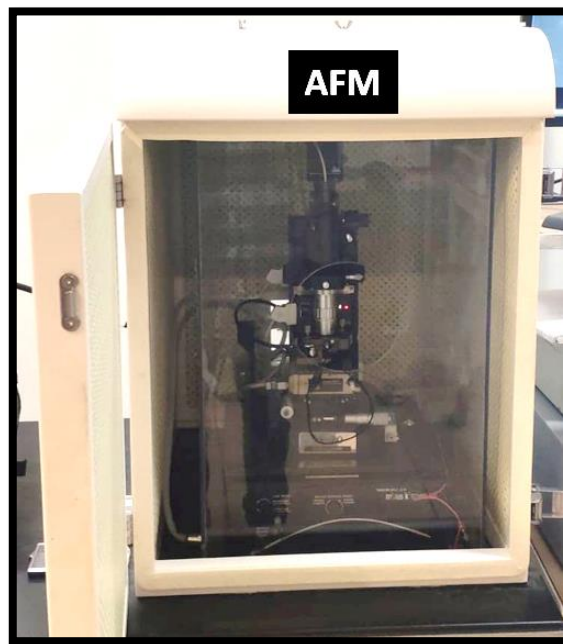


Figura 32. Cubiertas de AFM.

El analizador de redes vectorial (VNA) se conectó al AFM colocando un adaptador SMA en la parte posterior de la cubierta de acrílico, como se muestra en la Figura 33. La interconexión se realizó con un cable coaxial con conectores SMA machos del VNA al adaptador SMA colocado en el acrílico y un cable coaxial con conectores SMA del acrílico al HEM. El HEM se colocó con un adaptador SMA hembra-macho en ángulo recto (Figura 33).

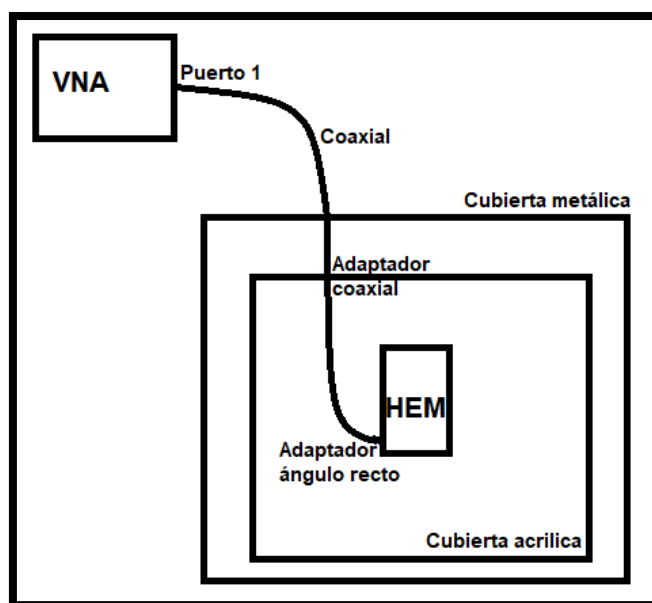


Figura 33. Conexión VNA – AFM.

La conexión entre el HEM y el portachip se realizó con un cable coaxial de 2.5 cm de longitud, se utilizó un conector UFL para HEM y se soldó el cable coaxial al portachip como se muestra en la Figura 34.

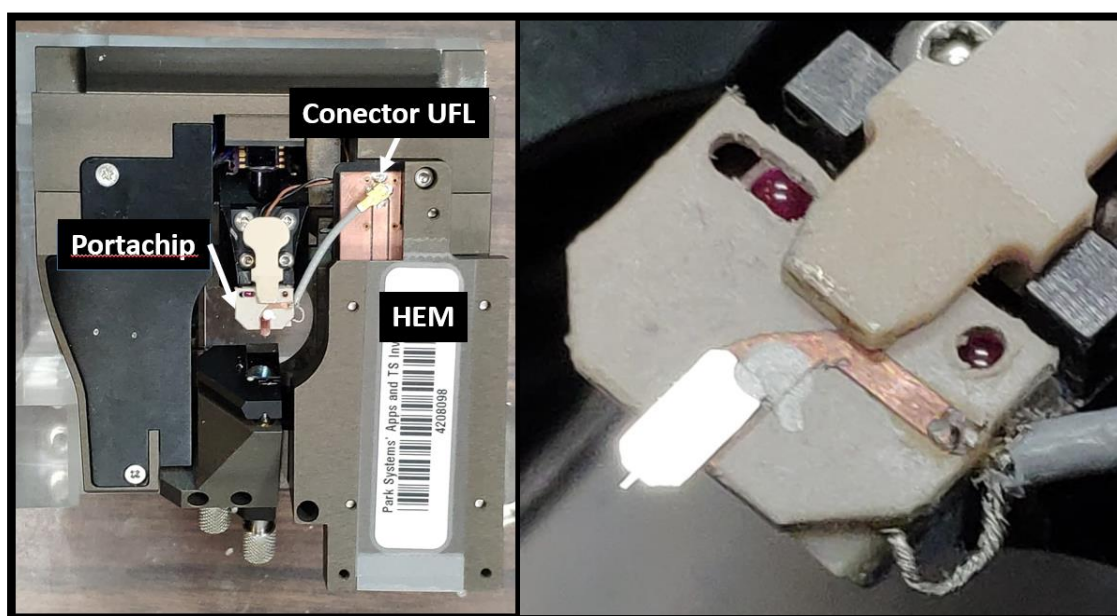


Figura 34. Conexión HEM-portachip.

Al realizar mediciones de prueba para ver el comportamiento del sistema, se observaron resonancias parásitas y que estas aumentaban al cerrar la puerta de la cubierta metálica del AFM. Debido a esto se

decidió realizar las mediciones con la puerta abierta. La imagen de la Figura 35 muestra el montaje final de los equipos que conforman el sistema.

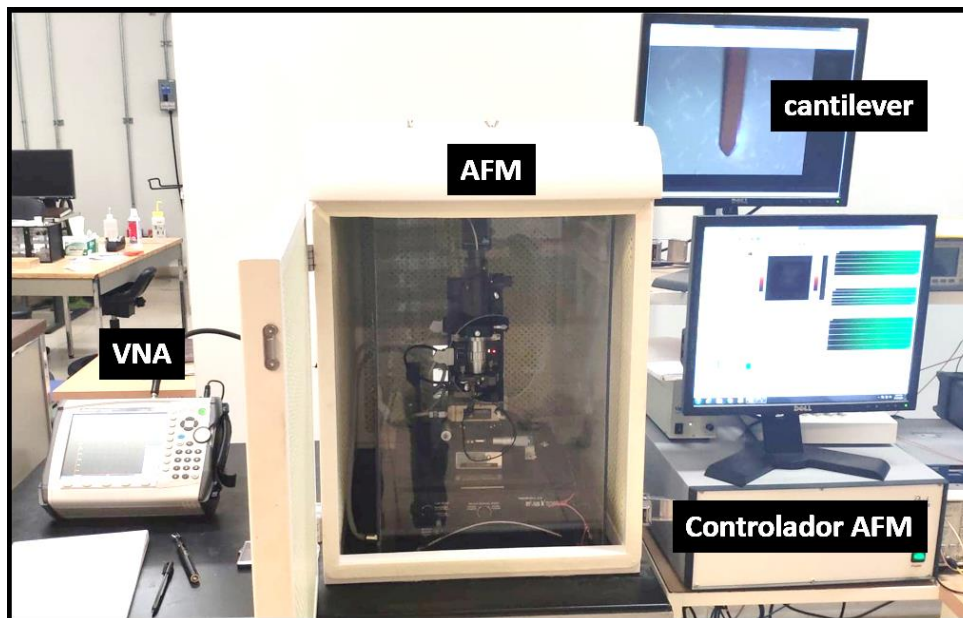


Figura 35. Montaje final del sistema.

Para colocar las muestras a medir se utilizó un portamuestras metálico (Figura 36) con un alambre añadido para conectar a la tierra del cable coaxial.

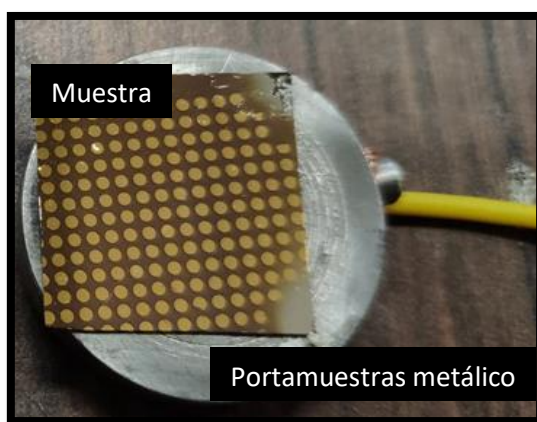


Figura 36. Portamuestras y muestra.

Las muestras utilizadas para las mediciones cuentan con estructuras metálicas en la parte superior (Figura 36) que hacen la función de electrodo para que la punta del microscopio haga contacto óhmico y realizar las mediciones. Detalles de las muestras medidas se presentan en el siguiente capítulo.

## Capítulo 5. Mediciones

Se realizaron las mediciones con el sistema que se describe en el capítulo anterior con la punta del AFM en modo contacto. También se realizaron mediciones en circuito abierto con la punta separada a la distancia máxima posible para tomarse como referencia y así poder observar los cambios en las frecuencias de resonancia en las mediciones por el método resonante y para ver las diferencias en amplitud y fase en las mediciones por método por reflexión.

Las mediciones se realizaron a muestras de diferentes materiales, configuraciones y espesores. Las películas delgadas se encuentran depositadas en estructuras MOS (del inglés *Metal-Oxide-Semiconductor*) para el dieléctrico  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Óxido de aluminio o alúmina) (Figura 37), y en estructuras MIM (del inglés *Metal-Insulator-Metal*) para  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Óxido de aluminio) y MIM para YSZ (zirconio estabilizado con itrio) (Figura 38).



Figura 37. Estructura MOS de alúmina, silicio y oro.

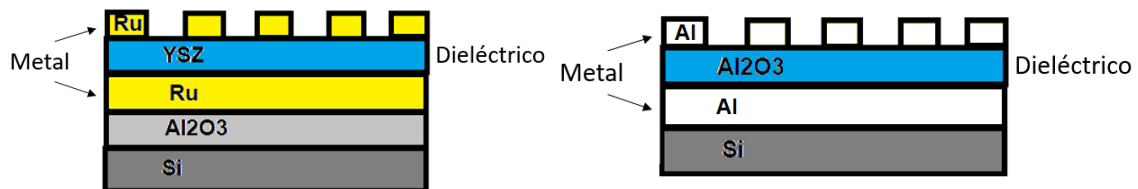


Figura 38. Estructuras MIM de YSZ con metalización rutenio y Alúmina con metalización de aluminio.

Se observó el comportamiento de los materiales en un ancho de banda de 500 MHz hasta 6 GHz y frecuencias intermedias. Para ambos métodos de medición, resonante y por reflexión, se seleccionaron algunas frecuencias de interés para observar a detalle el comportamiento de los materiales.

## 5.1 Método por reflexión

Para las mediciones por el método por reflexión se utilizó el HEM correspondiente que se muestra en la Figura 27, el portachip fabricado (Figura 30) y la punta conductiva (Figura 34).

Una de las primeras mediciones que se realizaron con el método por reflexión, mostradas en las figuras 39 y 40, fue a la estructura MOS (metal-óxido-semiconductor) de Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), los espesores del dieléctrico de la película delgada fueron de 100 nm, 300 nm, y 1  $\mu\text{m}$ .

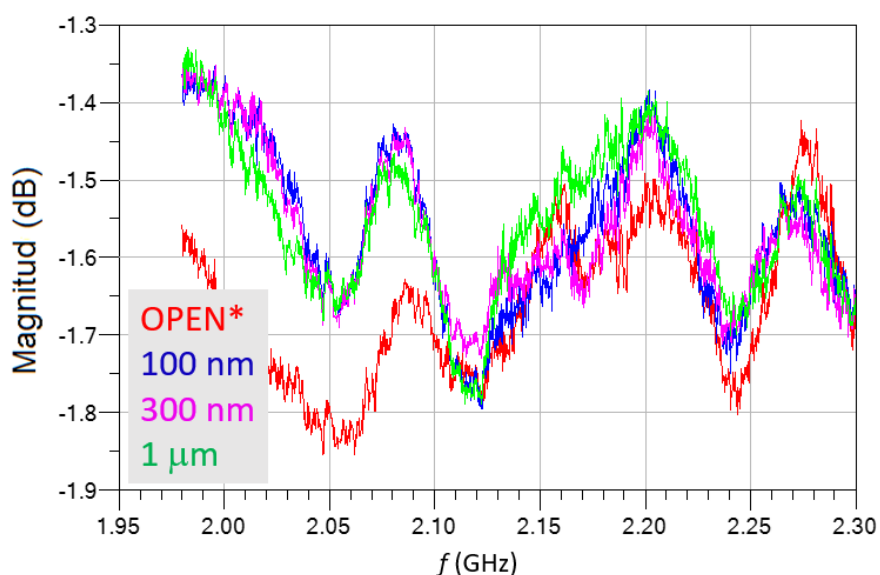


Figura 39. Gráfica de coeficiente de reflexión con punta en contacto con las muestras de diferentes espesores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en estructura MOS y con la punta en circuito abierto.

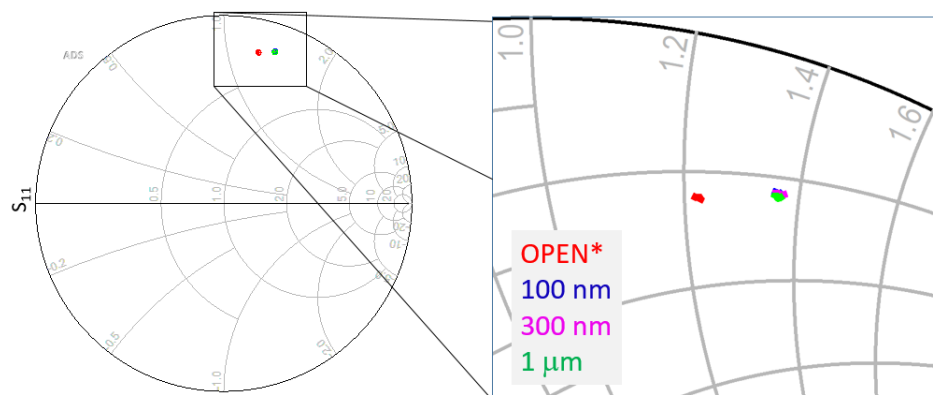


Figura 40.  $S_{11}$  en Carta de Smith a 2GHz con punta en contacto con las muestras de diferentes espesores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en estructura MOS y con punta en circuito abierto.

Se midieron, por el método de reflexión, estructuras MIM con dieléctrico de zirconio estabilizado con ytrio (YSZ) de diferentes espesores 25, 50, 75 y 100 nm a un ancho de banda de 500 MHz a 6 GHz (figura 41), y a partir de esta medición se seleccionaron dos frecuencias: 2 GHz y 4 GHz para ver su comportamiento (figura 42 y 43 respectivamente).

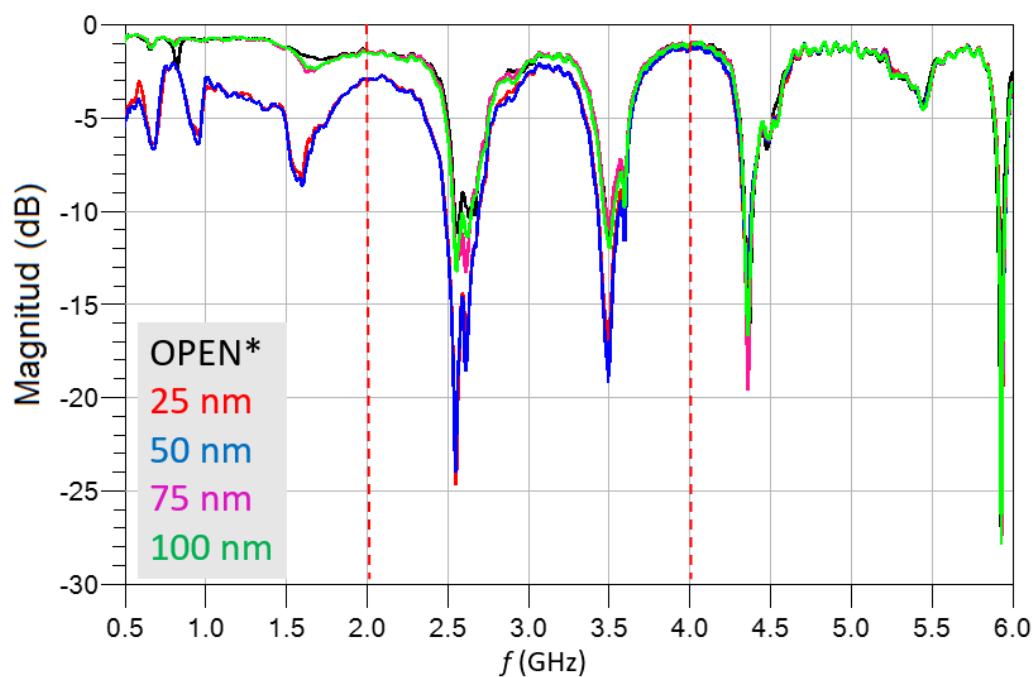


Figura 41. Mediciones con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de YSZ y circuito abierto en un ancho de banda de 500 MHz a 6 GHz.

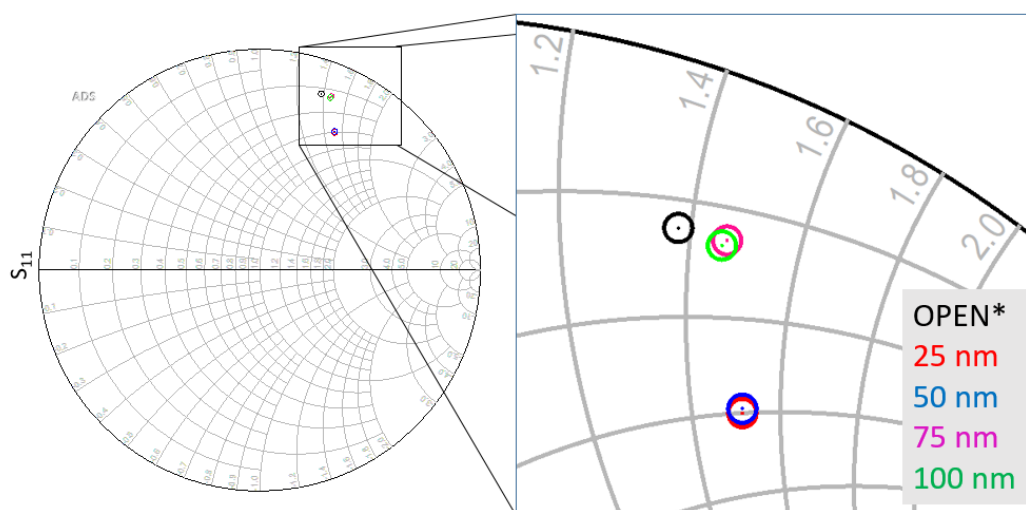


Figura 42. Mediciones de  $S_{11}$  con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de YSZ y punta en circuito abierto a 2 GHz.

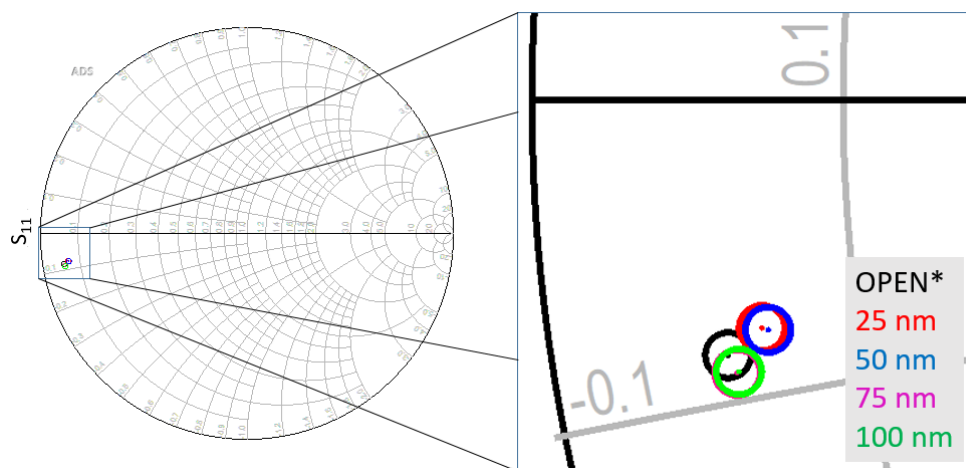


Figura 43. Mediciones de  $S_{11}$  con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de YSZ y punta en circuito abierto a 4 GHz.

Se realizaron mediciones por el método por reflexión para estructuras MIM de Alúmina con espesores de 25, 50, 75 y 100 nm y con la punta en circuito abierto y en contacto con el portamuestras metálico, todo esto en un ancho de banda de 500 MHz a 6 GHz (Figura 44). Posteriormente se seleccionaron frecuencias en las que no hubiera resonancias debidas al sistema y el ruido fuera mínimo para observarlas en la carta de Smith (figuras 44 a 48).

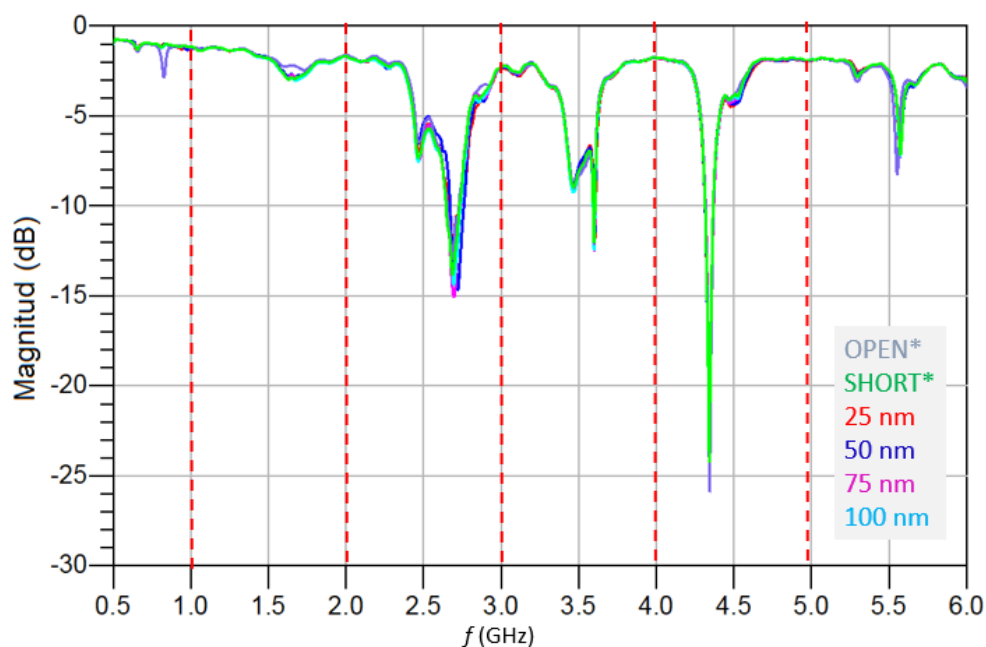


Figura 44. Mediciones de reflexión con punta en contacto de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en un ancho de banda de 500 MHz a 6 GHz.



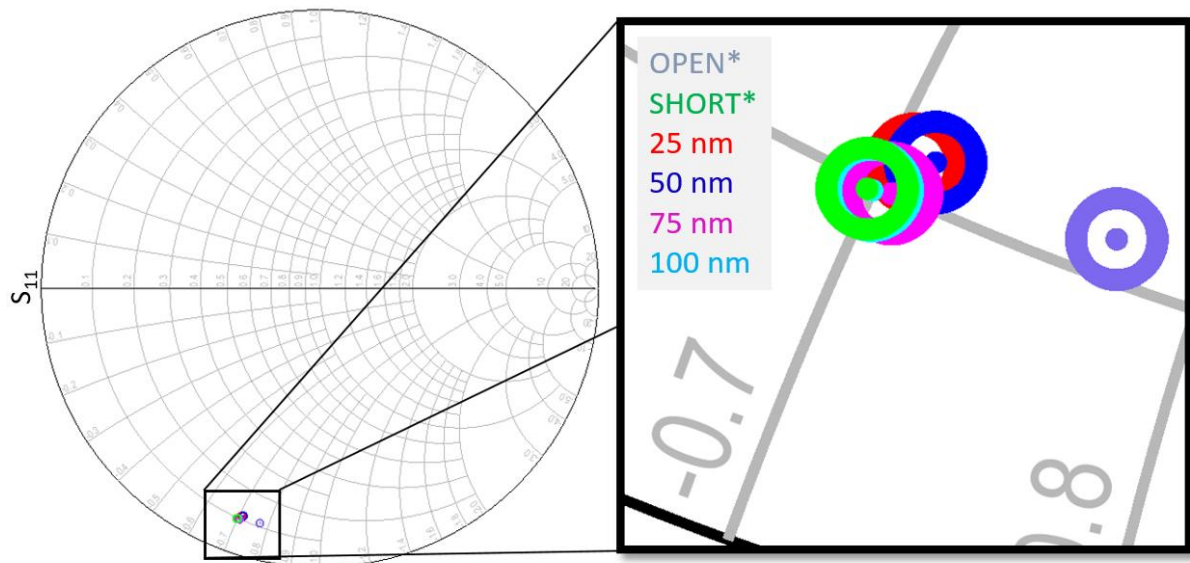


Figura 45. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 1GHz.

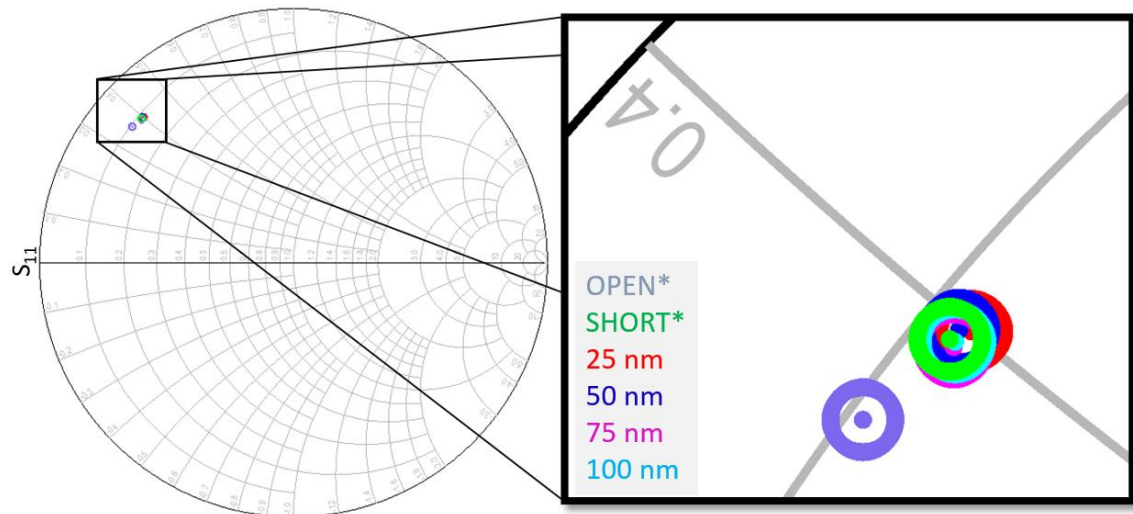


Figura 46. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 2GHz.



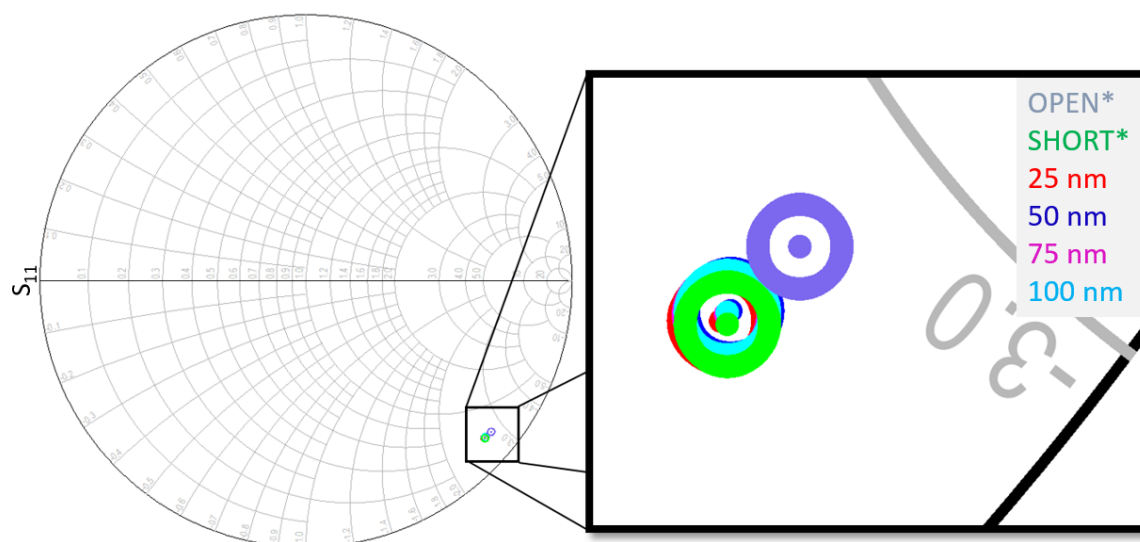


Figura 47. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 3GHz.

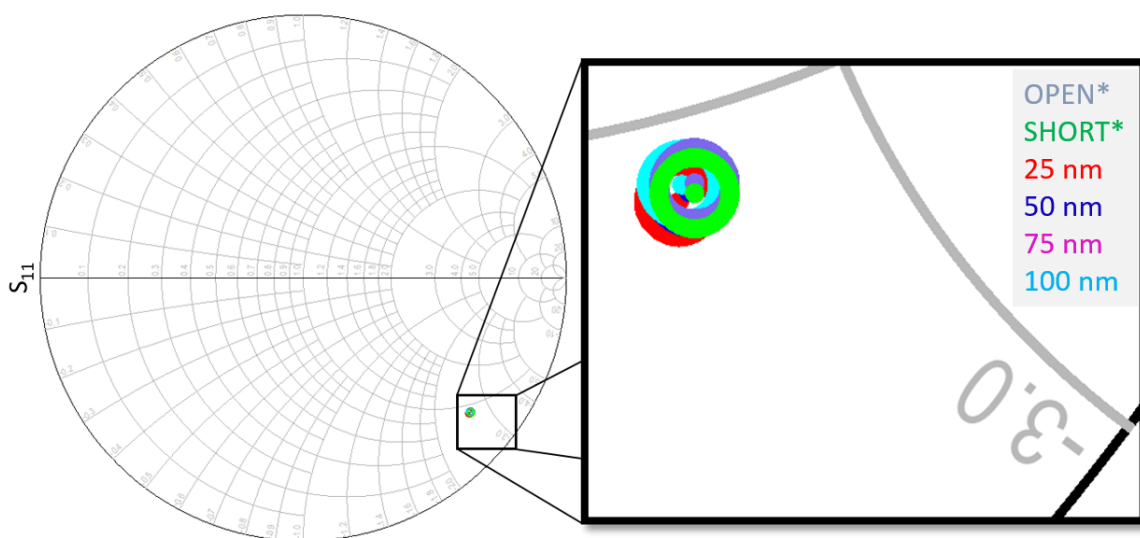


Figura 48. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 4GHz.

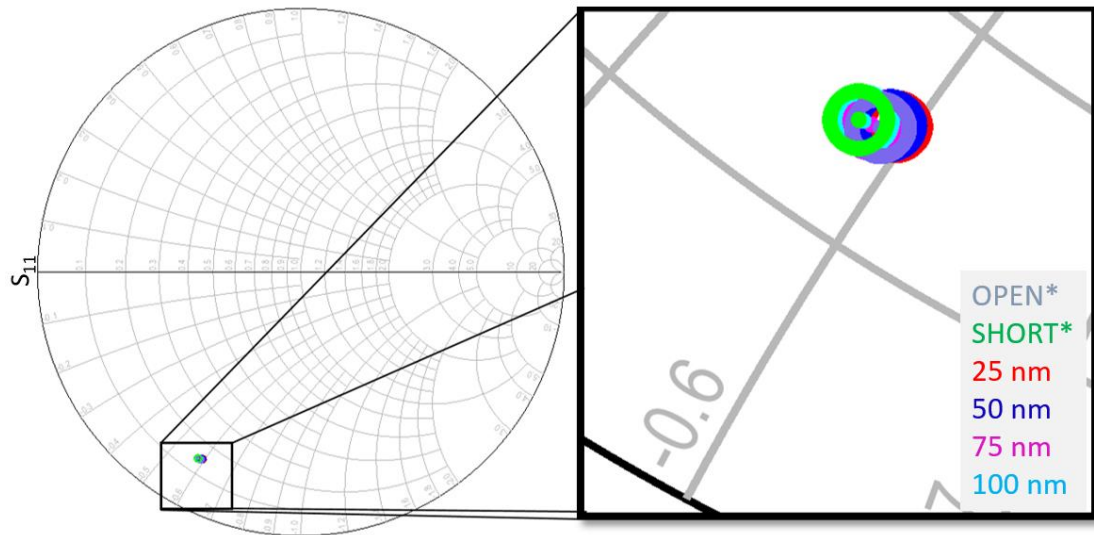


Figura 49. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 5GHz.

Se puede observar en las mediciones mostradas en las figuras 45 a 49 que los datos se agrupan incluyendo los correspondientes a la punta en circuito abierto, algo que no se esperaba ya que comúnmente se espera una diferencia de fase de  $\lambda/4$ , es decir el extremo contrario de la carta de Smith.

## 5.2 Método resonante

Para las mediciones por el método resonante se utilizó el HEM resonante que se muestra en la Figura 28, el portachip fabricado (Figura 30) y la punta conductiva (Figura 34).

La Figura 50 muestra las resonancias obtenidas en configuración de circuito-abierto (punta separada  $17 \pm 0.1$  mm del porta muestras), mostrando los modos de resonancia utilizados para el análisis.

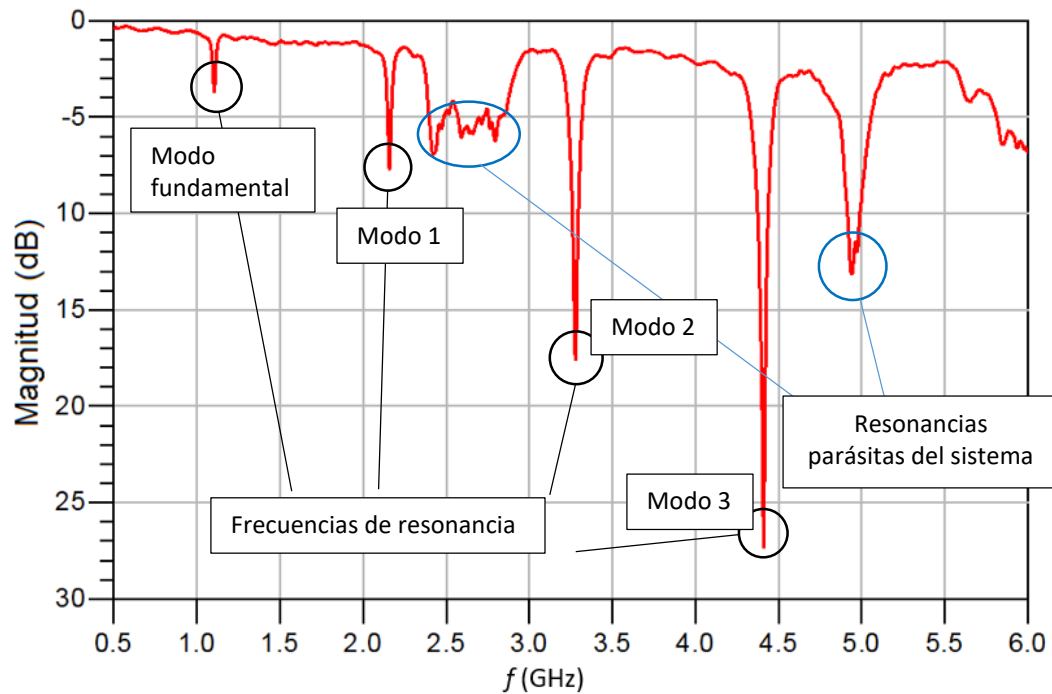


Figura 50. Resonancias del sistema en modo circuito-abierto.

Como lo muestra la Figura 50, se observan claramente las frecuencias resonantes del modo fundamental al modo 3 ( $\lambda_g, \lambda_g/2, 3\lambda_g/2, 2\lambda_g$ , respectivamente). El modo fundamental se nota débilmente acoplado, mientras que los modos superiores, que se pueden distinguir por ser múltiplos enteros de la frecuencia fundamental, presentan gradualmente mayor acoplamiento. Se observan también resonancias parásitas y se atribuyen a efectos no deseados producto de las discontinuidades entre los distintos módulos conectados (Figura 29).

Las figuras 51 - Figura 53 muestran las mediciones realizadas utilizando el método resonante a una estructura MOS de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (figura 37) con espesor dieléctrico de 100 nm, 300 nm, 1  $\mu\text{m}$  y la punta en circuito abierto, para los modos fundamental, 1 y 2, respectivamente. No se utilizó el modo 3 debido a que a esta frecuencia el sistema muy sensible al ruido.

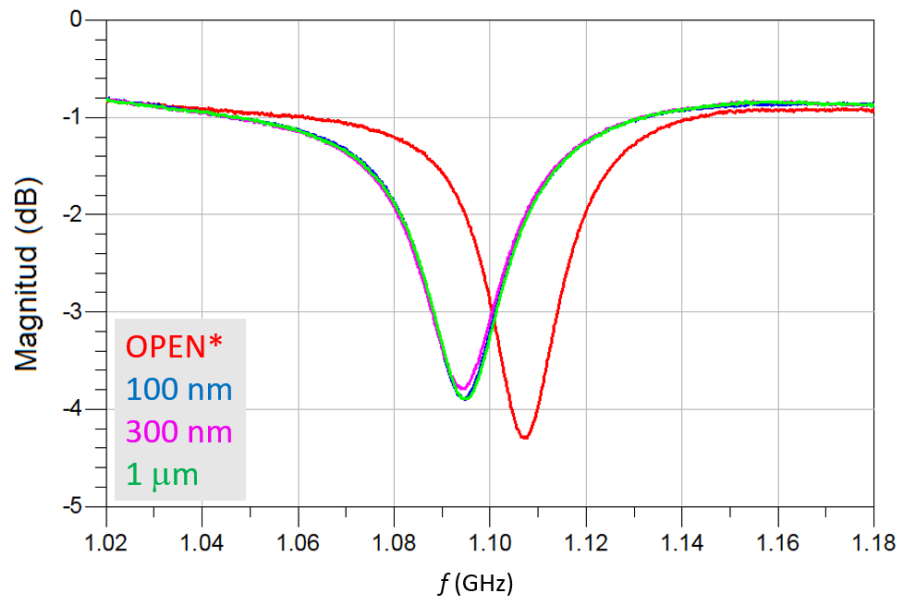


Figura 51. Medición de muestras de MOS  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en modo fundamental.

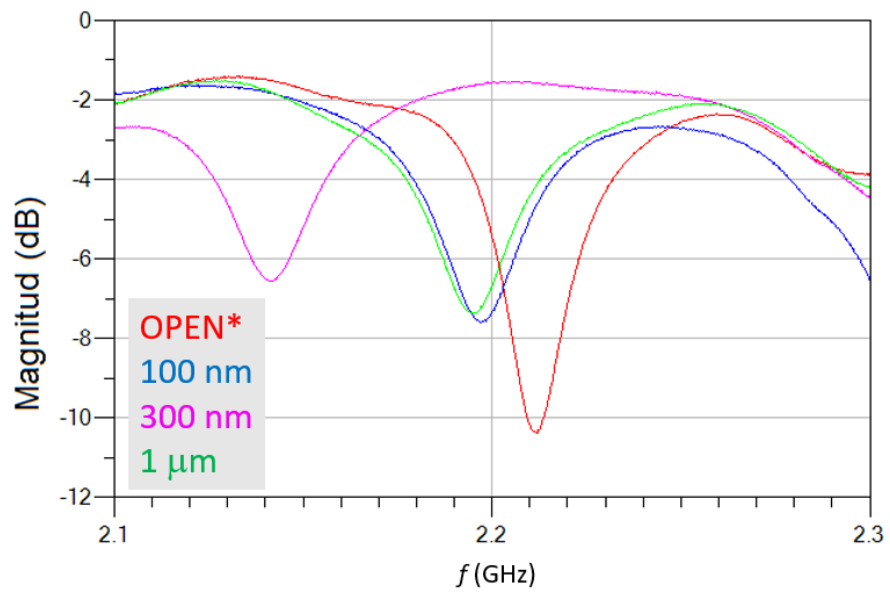


Figura 52. Medición de muestras de MOS  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en modo 1.

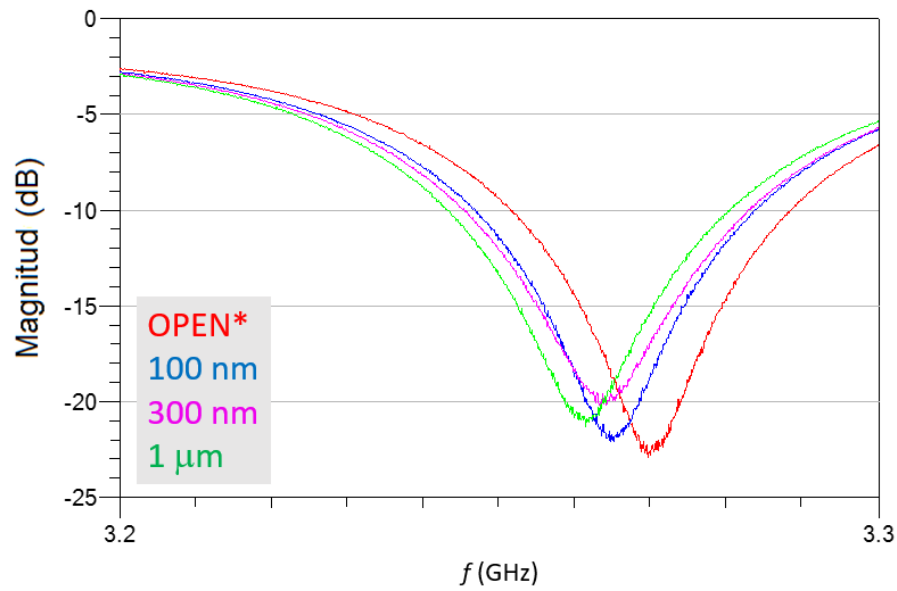


Figura 53. Medición de muestras de MOS  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en modo 2.

Las figuras Figura 54 y Figura 55 muestran las mediciones realizadas utilizando el método resonante a una estructura MIM de YSZ (figura 38) con espesores del dieléctrico de 25 nm, 50 nm, 75 nm, 100 nm y la punta en circuito abierto, para los modos 1 y 2, respectivamente. No fue posible realizar las mediciones con el modo fundamental debido a la atenuación por estar débilmente acoplado, y para el modo 3, de manera similar a la estructura MOS de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  el sistema es muy susceptible al ruido.

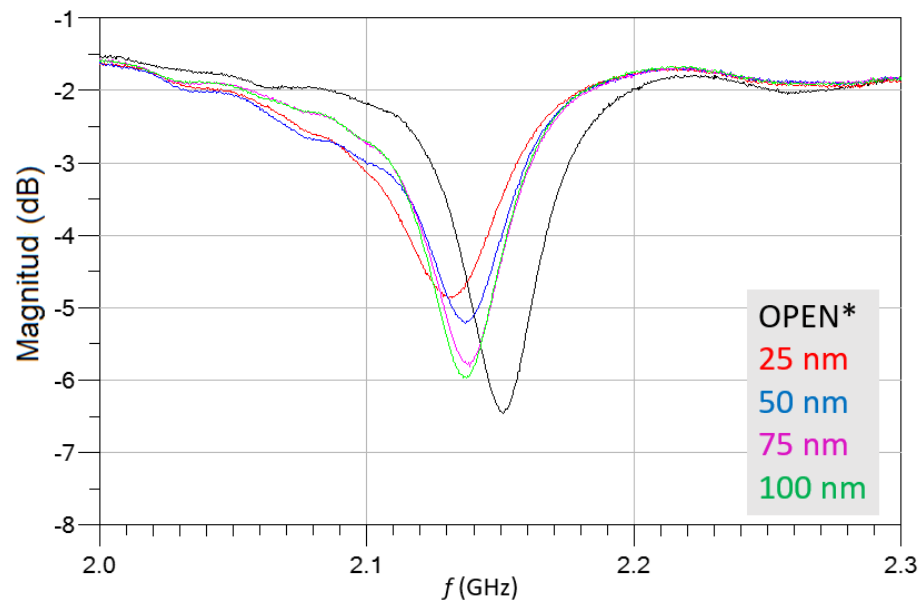


Figura 54. Medición de muestras de MIM YSZ en modo 1.

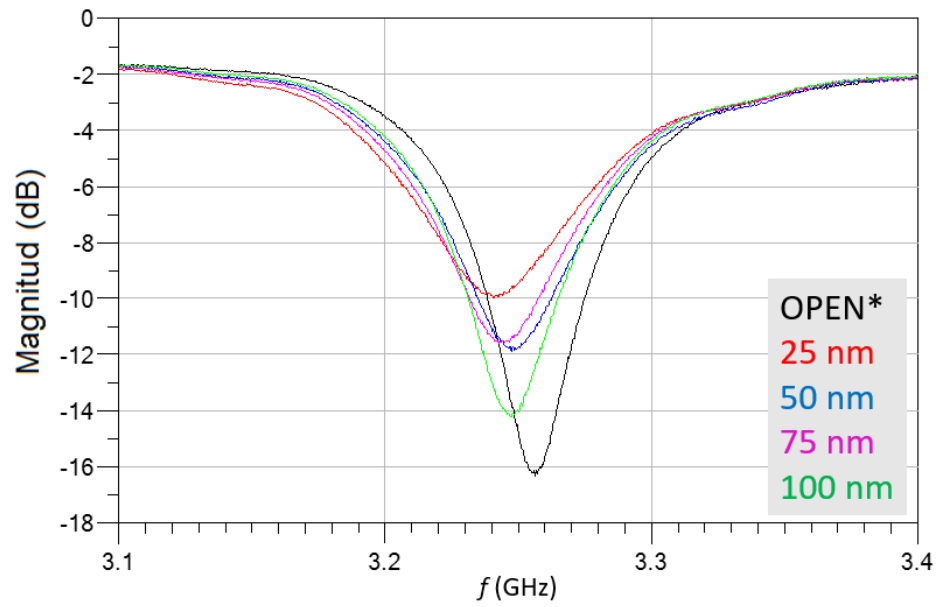


Figura 55. Medición de muestras de MIM YSZ en modo 2.

De la Figura 56 a la Figura 59 se muestran las mediciones realizadas utilizando el método resonante a una estructura MIM de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con espesor de dieléctrico de 25 nm, 50 nm, 75 nm, 100 nm y la punta en circuito abierto, para los modos fundamental, 1, 2 y 3 respectivamente.

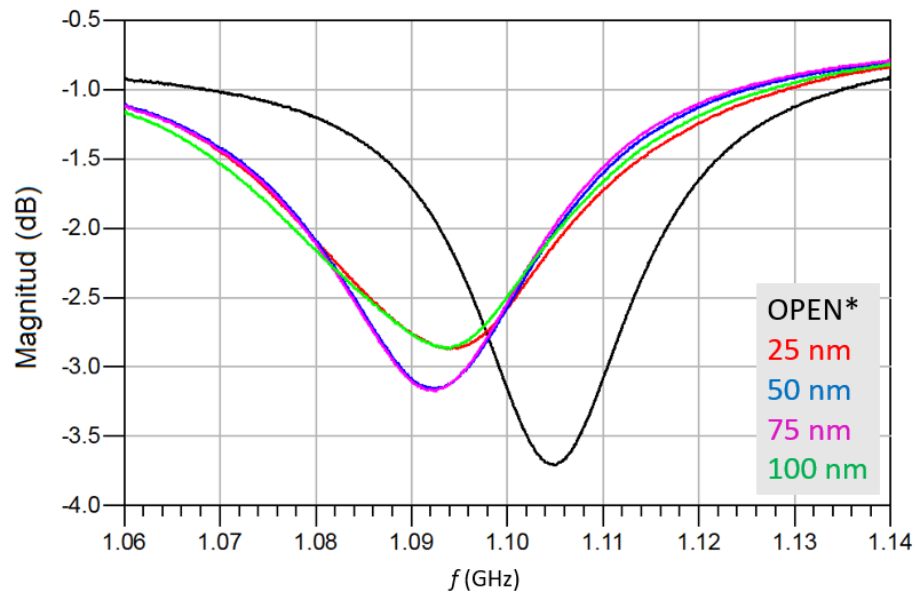


Figura 56. Medición de muestras de MIM  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en modo fundamental.

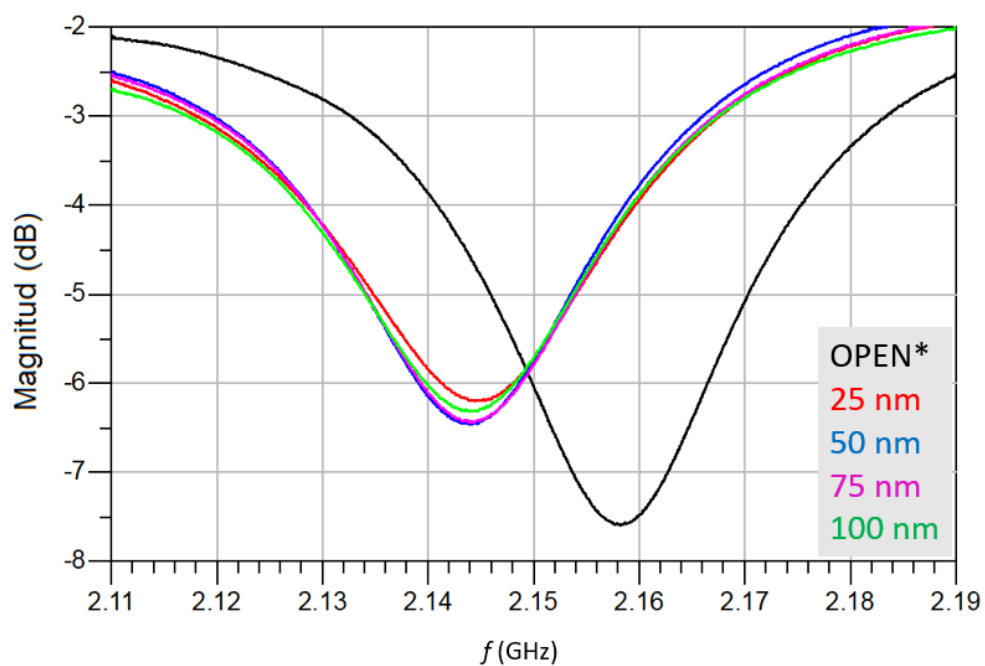


Figura 57. Medición de muestras de MIM  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en modo 1.

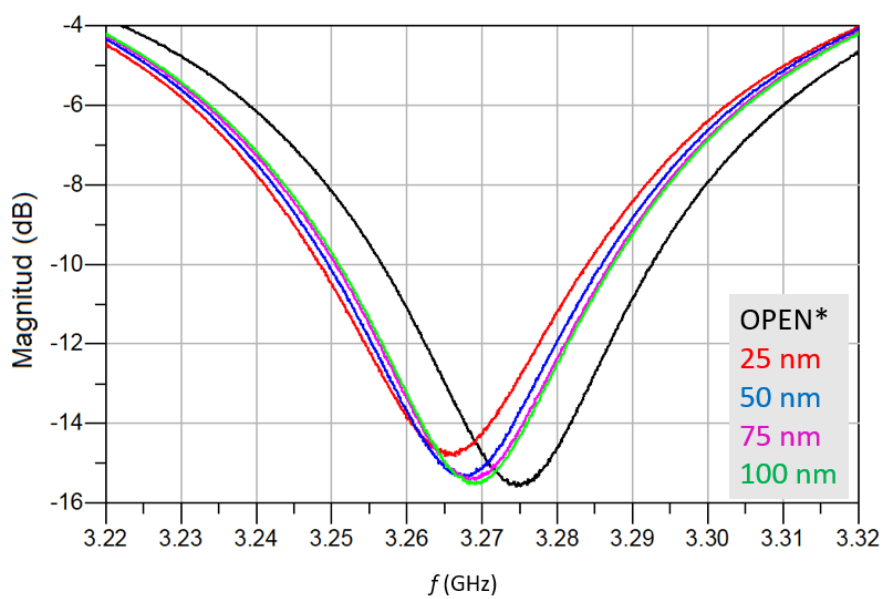


Figura 58. Medición de muestras de MIM  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en modo 2.

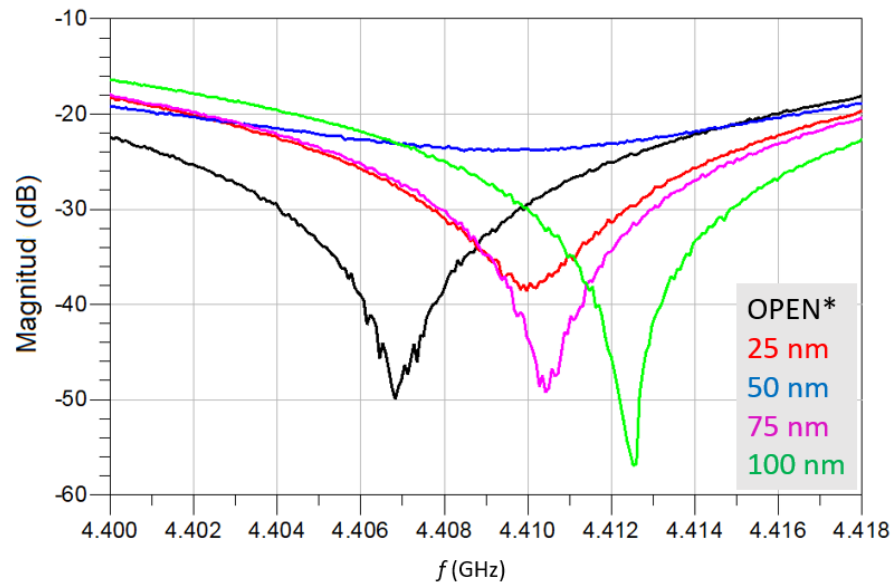


Figura 59. Medición de muestras de MIM  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en modo 3.

Como se observa en las mediciones realizadas por el método resonante, existen cambios notables entre cada una de las muestras medidas. Las gráficas permiten interpretar directamente las mediciones sin ningún tipo de procesamiento adicional, ya que el análisis se realiza obteniendo la frecuencia resonante y el factor de calidad  $Q_L$ . Para las mediciones mediante el método resonantes, solo se muestra la magnitud del parámetro de reflexión  $S_{11}$  debido a que no se encontró información relevante en los datos de fase. Por otro lado, para las mediciones obtenidas por el método no-resonante (reflexión) es necesario realizar un cambio de plano de referencia de la medición para remover los efectos introducidos por los cables e interconexiones. Para realizar este proceso se calculó la longitud eléctrica del cable, HEM y porta-chip y chip. Los resultados de esto se encuentran en la sección de resultados.

Cabe mencionar que de las estructuras medidas, las únicas fabricadas con el propósito específico de ser medidas con el sistema de implementado fueron las muestras de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en configuración MIM.



## Capítulo 6. Análisis y Resultados

Se presentan a continuación los resultados y comentarios de las mediciones utilizando los dos métodos comentados: por reflexión, y resonante. Para el método por reflexión se utiliza la impedancia compleja en la Carta de Smith a un solo punto de frecuencia; mientras que para el método resonante se obtienen los valores de frecuencia resonante y de calidad  $Q$  a partir de las mediciones.

### 6.1 Método por reflexión

Para obtener resultados de las mediciones obtenidas mediante el método por reflexión es necesario hacer un cambio del plano de medición  $A-A'$  que es hasta donde se calibro el VNA al plano  $B-B'$  (Figura 60) esto para eliminar los efectos del cable, del HEM y del portachip en las mediciones; para esto se utilizaron las mediciones hechas de los parámetros  $S$  de reflexión y transmisión, para la parte de HEM, portachip y punta; fue necesario utilizar los parámetros  $S$  de las simulaciones ya que estos no se pudieron medir directamente. Para realizar este cálculo se utilizaron bloques de *deembedding* software ADS (Figura 61).

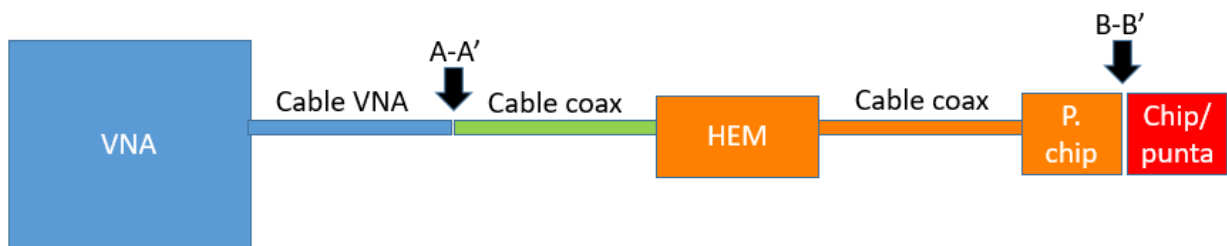


Figura 60. Cambio de plano de medición

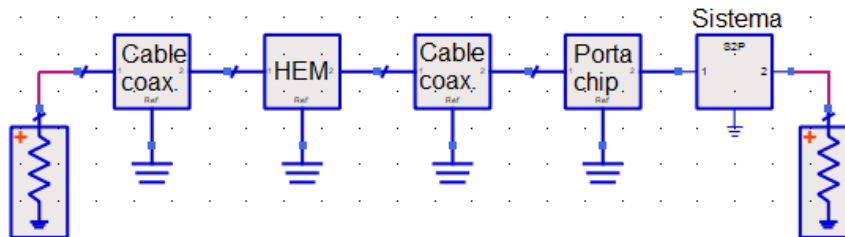


Figura 61. Cambio de plano de medición ADS.

Los parámetros de reflexión obtenidos después del tratamiento realizado fueron los que se muestran de la Figura 62 a la Figura 64.

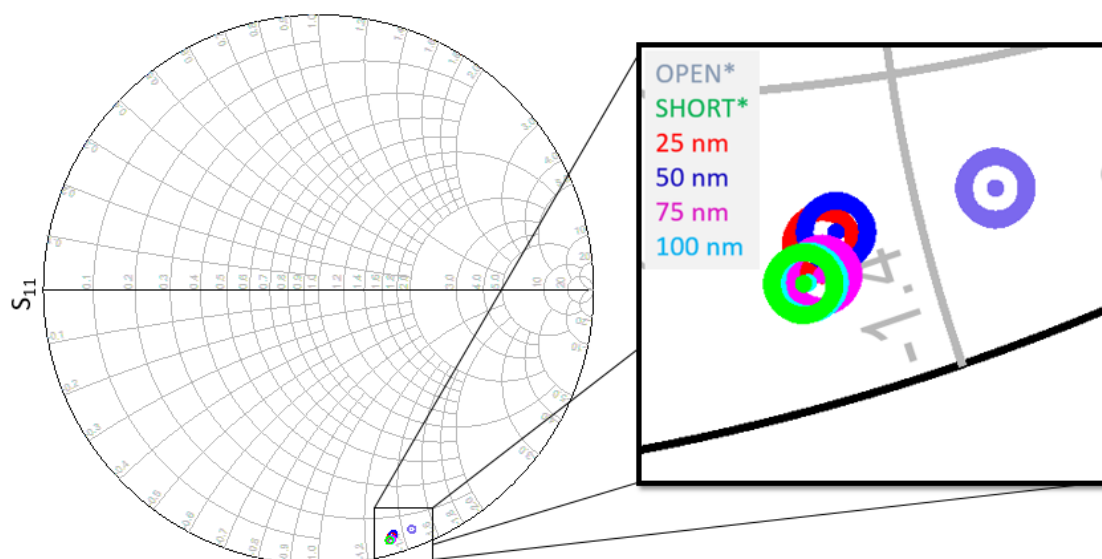


Figura 62. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito a 1 GHz, en plano de referencia  $B-B'$ .

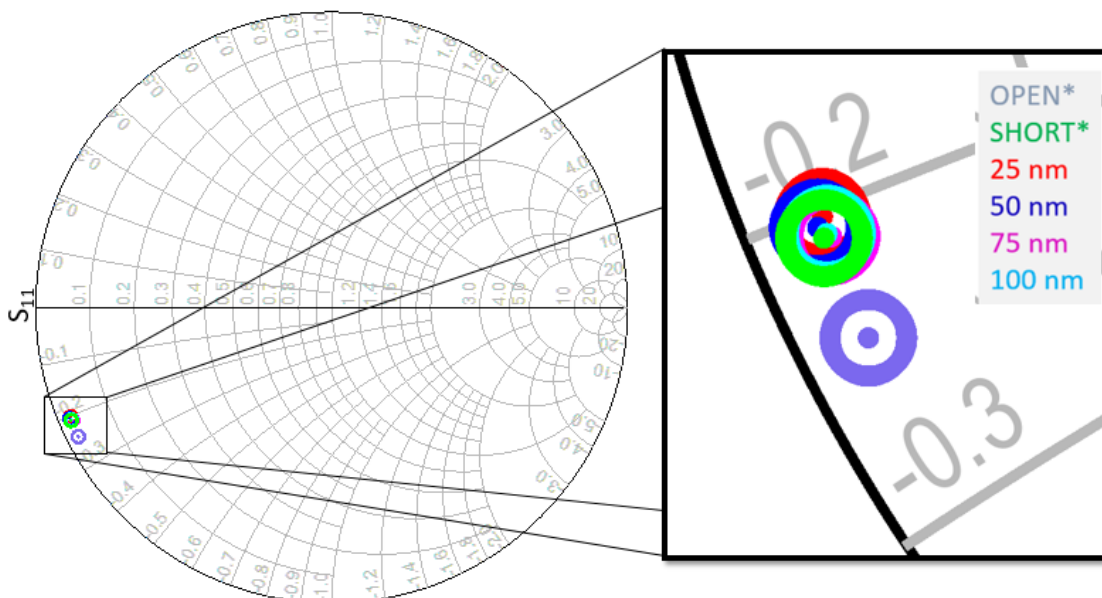


Figura 63. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito en 2 GHz, en plano de referencia  $B-B'$ .

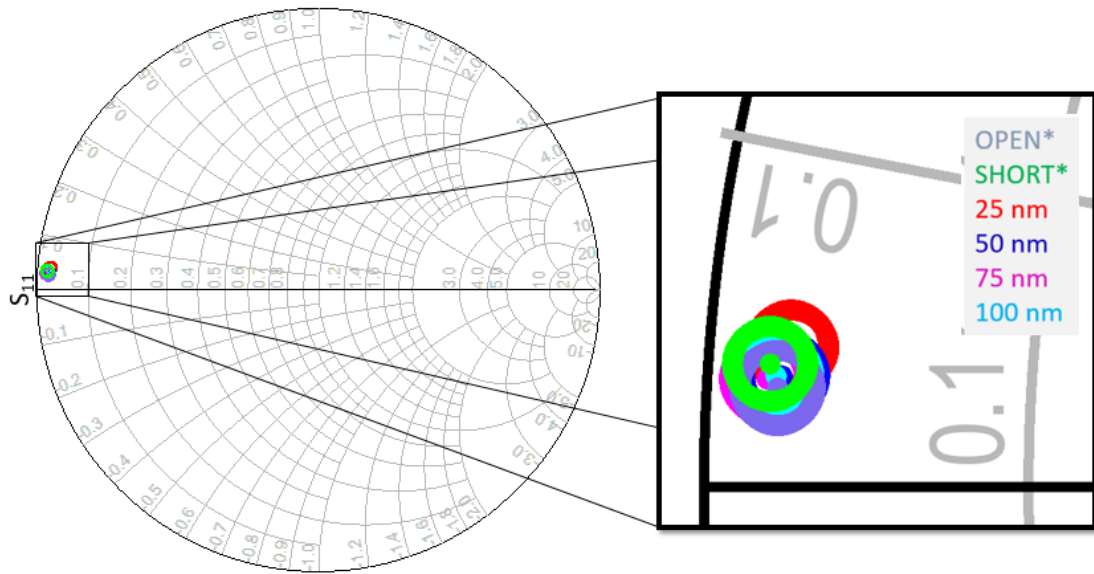


Figura 64. Mediciones de  $S_{11}$  de estructuras MIM de diferentes espesores de Alúmina, circuito abierto y corto circuito a 3 GHz, en plano de referencia  $B-B'$ .

La Tabla 1 muestra los valores de impedancia normalizada obtenidos para cada una de las muestras de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , y que se presentan gráficamente en las Figura 62 a la Figura 64.

Tabla 1. Valores de impedancia normalizada de las muestras MIM de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por método de reflexión.

Frecuencia	Corto	Abierto	25 nm	50 nm	75 nm	100 nm
1 GHz	$0.074 - j1.319$	$0.105 - j1.456$	$0.096 - j1.335$	$0.102 - j1.345$	$0.076 - j1.331$	$0.074 - j1.321$
2 GHz	$0.021 - j0.207$	$0.021 - j0.240$	$0.023 - j0.202$	$0.021 - j0.204$	$0.024 - j0.208$	$0.023 - j0.207$
3 GHz	$0.018 - j0.036$	$0.020 - j0.029$	$0.023 - j0.041$	$0.021 - j0.032$	$0.017 - j0.031$	$0.019 - j0.032$

Nota: valores de impedancia con unidades en  $\Omega$ .

Debido a limitaciones en el simulador por la frecuencia de operación mayor y las características del sistema, no se considera realizar el análisis en el plano  $B-B'$  para las frecuencias de 4 GHz y 5 GHz, ya que la simulación de la estructura entre los planos  $A-A'$  y  $B-B'$  arrojarían un nivel de error considerable. Además, se observa que los cambios de impedancia para las distintas alturas del dieléctrico de cada una de las muestras no son tan claros.

## 6.2 Método resonante

Para los datos obtenidos con el método resonante se obtuvo la frecuencia resonante y se calculó el factor de calidad cargado  $Q_L$  usando la ec. (13), a partir de la respuesta medida. Los valores obtenidos se muestran en la Tabla 2 .

Tabla 2. Frecuencia resonante  $f_s$  (GHz) y factor de calidad  $Q_L$  de las muestras de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para diferentes modos de resonancia.

Modo	Abierto	25 nm	50 nm	75 nm	100 nm
Fundamental	1.1050, 55.79	1.0934, 33.91	1.0925, 41.15	1.0925, 41.50	1.0934, 33.36
1	2.1583, 58.84	2.1441, 51.60	2.1439, 56.83	2.1443, 55.30	2.1439, 52.16
2	3.2746, 38.93	3.2664, 38.20	3.2681, 38.53	3.2684, 38.63	3.2684, 38.74

Nota: valores de resonancia en  $[f_s, Q_L]$ .

Para estas mediciones realizadas por el método resonante el comportamiento esperado es que conforme el espesor de la película delgada disminuye, el factor de calidad  $Q_L$  también lo hace, esto debido a que las pérdidas aumentan debido a que la energía se disipa por la proximidad al plano de tierra, los valores obtenidos para la frecuencia de resonancia de 3 GHz parecen ser los más confiables. No fue posible realizar cálculos de  $Q_L$  de forma directa para el modo 3 debido a que el nivel de ruido en este modo introduce un nivel de error considerable.

Los datos obtenidos por el método resonante no pueden ser comparados directamente con los del método no resonante, debido a que se obtienen datos diferentes, para el caso del método resonante se obtienen frecuencias de resonancia, y valores de  $Q_L$  mientras que para el método resonante obtenemos valores de impedancia compleja. También se considera que no es posible utilizar los datos de ambos métodos de manera complementaria debido a que, si bien se realizaron las mediciones a las mismas muestras en los dos métodos, al momento de cambiar de método es necesario desmontar parte del sistema y calibrar el AFM lo que hace imposible realizar mediciones en un solo punto de manera exacta y repetitiva para ambos métodos lo cual introduce diferencias en las mediciones. Lo que sí es posible comparar es la sensibilidad de los métodos a los cambios de los grosores de las muestras ya que en algunos casos para la muestras de medidas por el método resonante es más fácil diferenciar los cambios en la frecuencia de resonancia.

## Capítulo 7. Conclusiones y trabajo a futuro

---

### 7.1 Conclusiones

Conocer el comportamiento de películas delgadas en frecuencias de RF y Microondas es muy importante para el desarrollo de nuevas tecnologías, por esto, la implementación de un sistema capaz de combinar el funcionamiento de dos equipos muy utilizados en sus respectivas áreas, Microscopio de Fuerza Atómica para la caracterización de películas delgadas y Analizador de Redes Vectorial para la caracterización de dispositivos a frecuencias de RF y Microondas, hace posible la medición de materiales con dimensiones micro y nanométricas, la cual sería imposible sin este sistema implementado.

El sistema implementado es capaz de realizar mediciones en modo reflexión y en modo resonante, siendo este último, como se mostró en las mediciones, el más sensible.

Los aspectos relevantes que destacan de este proyecto son:

- El diseño e implementación de un Sistema de microscopia de microondas. Este sistema incluye el diseño y fabricación del HEM y Porta-Chip resonantes y no resonantes.
- Simulaciones electromagnéticas del sistema diseñado.
- La comparación entre métodos de medición resonante y no resonante en la caracterización de diferentes substratos.

Los resultados obtenidos se acercan a los esperados, que conforme la película delgada va aumentando su grosor también lo hace el valor de  $Q_L$ , y esto deja ver que el sistema implementado es capaz de detectar variaciones en los espesores de los materiales. En este trabajo de tesis no se contempla utilizar un modelo para interpretar los resultados obtenidos, esto debido a la falta de una muestra estándar para poder realizar comparaciones y calibrar de manera precisa el sistema, además de que no es el objetivo de este trabajo.

Los diseños presentados por (Karbassi et al., 2007; Lai et al., 2014; Massood y Yaqiang, 2004) muestran fabricación compleja y uso de materiales y procesos de difícil acceso; sin embargo, el objetivo de la tesis es el diseño del HEM y portachip, y su acoplamiento usando puntas conductivas comerciales, esto para

abaratando costos y reducir tiempos de implementación, ya que las puntas se gastan y hay que cambiarlas constantemente.

Con respecto a las opciones comerciales existentes (Park Systems, 2019) y (Keysight Technologies, 2014), generalmente son caras. Además, con el diseño del sistema propuesto se puede configurar tanto para frecuencia de operación y modo de operación (reflexión o resonante). Además, en particular para el modo resonante, muestras la posibilidad de utilizar mediciones multi-resonantes, mientras que la mayoría de los sistemas sólo operan con una sola resonancia.

## 7.2 Trabajo a futuro

Algunas de las actividades para continuar con este trabajo son:

- Fabricar la punta de prueba para poder realizar las mediciones con mayor precisión.
- Realizar las mediciones dentro de una cámara anecoica para reducir el ruido externo.
- Procesar adecuadamente las mediciones del método resonante que presentan alto nivel de ruido para poder calcular con precisión la frecuencia resonante y el factor  $Q$ .
- Formar una base de datos amplia de mediciones con distintos materiales y espesores a fin de poder realizar un modelo analítico o empírico que sea capaz de describir el comportamiento de elementos de películas delgadas a frecuencias de RF y microondas.
- Contar con una muestra estándar para poder caracterizar las muestras analizadas de manera precisa.
- Realizar las mediciones durante el barrido del AFM y poder formar imágenes de impedancia y permitividad.

## Literatura citada

---

- Alley, G. D. 1970. Interdigital Capacitors for Use in Lumped-Element Microwave Integrated Circuits. En G-MTT 1970 International Microwave Symposium, 1970, pp. 7–13. doi:10.1109/GMTT.1970.1122756
- Ansys HFSS. 2020. High Frequency Electromagnetic Field Simulation Software. Consultado el 17 de febrero de 2020, de <https://www.ansys.com/products/electronics/ansys-hfss>
- Biagi, M. C., Badino, G., Fabregas, R., Gramse, G., Fumagalli, L., Gomila, G. 2017. Direct mapping of the electric permittivity of heterogeneous non-planar thin films at gigahertz frequencies by scanning microwave microscopy. *Physical Chemistry Chemical Physics*. doi:10.1039/c6cp08215g
- Biagi, M. C., Fabregas, R., Gramse, G., Hofstadt, M. Van Der, Jua, A., Kienberger, F., Fumagalli, L., Gomila, G. 2016. Nanoscale Electric Permittivity of Single Bacterial Cells at Gigahertz Frequencies by Scanning Microwave Microscopy. doi:10.1021/acs.nano.5b04279
- Caloz, C., Itoh, T. 2006. Electromagnetic metamaterials: Transmission line theory and microwave applications. doi:10.1002/0471754323
- Chen, L. F., Ong, C. K., Neo, C. P., Varadan, V. V, Varadan, V. K. 2004. *Microwave Electronics; Measurement and Materials Characterization*. John Wiley & Sons: New York, NY, USA.
- Fumagalli, L., Ferrari, G., Sampietro, M., Gomila, G. 2009. Dielectric-constant measurement of thin insulating films at low frequency by nanoscale capacitance microscopy Dielectric-constant measurement of thin insulating films at low frequency by nanoscale capacitance microscopy. 243110(2007), 15–18. doi:10.1063/1.2821119
- Hughes, M. 2014. What Is Thin Film Deposition. Consultado el 17 de febrero de 2020, de SEMICORE Equipment, Inc. website: <http://www.semicore.com/news/81-what-is-thin-film-deposition>
- Karbassi, A., Paulson, C. A., Wang, Y., Bettermann, A., van der Weide, D. W. 2007. Localized Microwave Measurement using AFM-Compatible Scanning Near- field Microwave Microscope Cantilever with Ultra-tall Coaxial Probe. 2(1), 3336–3339.
- Keysight Technologies. 2014. Highly Sensitive Imaging Mode for Compound, Calibrated Electrical and Spatial Measurements. doi:5989-8817EN
- Keysight Technologies. 2017. Dielectric Probe Kit 200 MHz to 50 GHz Swept High-Frequency Dielectric Measurements. doi:5989-0222EN
- Knoops, H. C. M., Potts, S. E., Bol, A. A., Kessels, W. M. M. E. 2015. Atomic Layer Deposition. *Handbook of Crystal Growth*, Second Edi, 1101–1134. doi:10.1016/B978-0-444-63304-0.00027-5

- Lai, K., Ji, M. B., Leindecker, N., Kelly, M. A., Shen, Z. X. 2014. AFM-compatible near-field scanning microwave microscope with separated excitation and sensing probes. (June). doi:10.1063/1.2746768
- López, E. A., Solares, S. D. 2014. El microscopio de fuerza atómica: métodos y aplicaciones. *Revista de la Universidad del Valle Guatemala*, 28(1), 14–28.
- Massood, T., Yaqiang, W. 2004. Design and Fabrication of Scanning Near-Field Microwave Probes Compatible With Atomic Force Microscopy to Image Embedded Nanostructures. 52(3), 971–979.
- Mdarhri, A., Carmona, F., Brosseau, C., Delhaes, P. 2008. Direct current electrical and microwave properties of polymer-multiwalled carbon nanotubes composites. *J. Appl. Phys.* 103. doi:10.1063/1.2841461
- Montgomery, C., Dicke, R., Purcell, E. 1987. Principles of microwave circuits (Revised edition). NASA STI/Recon Technical Report A.
- Murphy, R. S. 2001. Teoría Electromagnética. Editorial Trillas Sa De Cv.
- Park Systems. 2019. Scanning Capacitance Microscopy ( SCM ) High Resolution and High Sensitivity Imaging of Charge Distribution.
- Parra Fuentes, E. J. 2018. Estudio teórico-experimental para la determinación de la distribución de radiación de microondas de un modelo de tejido biológico. Tesis de Maestría en Ciencias. Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, B. C. 186 pp.
- Pozar, D. M. 2011. Microwave Engineering (4th ed.). John Wiley & Sons Inc.
- Rodríguez-moré, Z. O., Lobato morales, H., Chávez Pérez, R. A., Medina Monroy, J. L. 2018. Complex dielectric permittivity of rum and its mixtures with methanol , ethanol , and water at frequencies up to 15 GHz. 7823, 15–30. doi:10.1080/08327823.2017.1421013
- Rogers Corp. 2020. ULTRALAM® 2000 Microwave Laminate datasheet. Consultado el 13 de agosto de 2019, de <https://www.rogerscorp.com/>
- Salapaka, S. M., Salapaka, M. V. 2008. Scanning Probe Microscopy. *IEEE Control Systems Magazine*, 28(2), 65–83. doi:10.1109/MCS.2007.914688
- Sargsyan, T., Hovsepyan, A., Melikyan, H., Yoon, Y., Lee, H., Babajanyan, A., Kim, M., Cha, D., Lee, K. 2008. Ultramicroscopy Investigation of CdS thin films by a near-field microwave microprobe. 108, 1062–1065. doi:10.1016/j.ultramic.2008.04.066
- Schmid, W. A., Lazos Martínez, R. J. 2000. Guía para estimar la incertidumbre de la medición. Centro Nacional de Metrología. Consultado el 13 de agosto de 2019, de <https://www.cenam.mx/publicaciones/gratuitas/default.aspx>



TED PELLA. 2020. BudgetSensors Atomic Force Microscopy, AFM Probes. Consultado el 17 de febrero de 2020, de [https://www.tedpella.com/probes\\_html/budgetsensors-2.htm.aspx#MULTI75all](https://www.tedpella.com/probes_html/budgetsensors-2.htm.aspx#MULTI75all)

Zhang, X.-Y., Wang, X.-C., Xu, F., Ma, Y.-G., Ong, C. K. 2009. High frequency dielectric properties distribution of BiFeO<sub>3</sub> thin film using near-field microwave microscopy. Review of scientific instruments. doi:10.1063/1.3258201