



CCADET

CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

Informe Técnico

Adecuación del equipo LEICA MED 020 para el depósito de películas delgadas a temperaturas elevadas

Películas de óxido de indio-estaño

Alejandro Esparza García

Martín Briseño García

José Guadalupe Bañuelos Muñetón

14 de noviembre de 2016

Financiamiento:

UNAM

Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico

Financiamiento interno

Adecuación del equipo LEICA MED 020 para el depósito de películas delgadas a temperaturas elevadas

Alejandro Esparza García¹

Martín Briseño García¹

José Guadalupe Bañuelos Muñetón²

¹Fotofísica y Películas Delgadas, CCADET.

²Materiales y Nanotecnología, CCADET.

Resumen

En éste informe se presenta el trabajo llevado a cabo en el Laboratorio de Películas Delgadas, a través del cual se realizaron las modificaciones e implementaciones necesarias en el equipo LEICA MED-020 con el fin de llevar a cabo procesos de depósito con características diferentes a las ya preestablecidas por la configuración original del equipo; esto es, anteriormente los procesos se realizaban con las limitantes de llevarse a cabo solo en atmósfera inerte y sobre sustratos a temperatura ambiente. Las implementaciones se definieron en base a las necesidades que han surgido durante el tiempo que éste equipo ha sido utilizado, las cuales a continuación se presentan: 1) tener la posibilidad de realizar depósitos de películas delgadas, en atmósfera reactiva (argón+oxígeno), 2) poder llevar a cabo depósitos de películas delgadas en sustratos con temperaturas por arriba de la temperatura ambiente (Karasawa, 1993). Para la realización de éste trabajo se utilizó un equipo de vacío LEICA MED-020 en modo erosión catódica. A éste equipo se le hicieron las modificaciones e implementaciones requeridas, tales como una entrada adicional de gas, colocación de atravesadores eléctricos para alimentación de calefactor y medición de temperatura. Además, debido a la configuración del equipo, se vio la necesidad de modificar la electrónica de la platina giratoria con el fin de permitir su movimiento no sólo en uno sino en ambos sentidos. Finalmente se llevó a cabo el montaje del calefactor sobre la platina. Una vez que se llevaron a cabo las adecuaciones requeridas, se procedió a depositar películas de óxido de indio-estaño (ITO), y se encontró que depositadas a una temperatura de 200°C, presentan las características requeridas para su futura aplicación como películas conductoras transparentes (Terzini et al., 2000). Aunque comercialmente es posible obtener éste material sobre diferente tipo de sustratos, lo que mayormente nos ha movido a trabajar con éste material, llevando a cabo recubrimientos sobre diversos sustratos mediante la técnica de erosión catódica (sputtering), no es solo el evitar su alto costo comercial, sino que además, se abre la posibilidad de llevar a cabo películas delgadas de ITO sobre diversas estructuras particulares determinadas por el usuario, y no solo sobre sustratos ya predeterminados por el fabricante

Índice

Introducción

1	Descripción general del equipo LEICA MED 020, modificaciones e implementaciones.....	4
1.1	Principios básicos de la técnica de erosión catódica.....	4
1.2	Equipo LEICA MED 020: Descripción del sistema original.....	5
1.3	Configuración del sistema de vacío modificado.....	6
1.3.1	Implementación de entrada para ingreso de oxígeno.....	6
1.3.2	Calefactor para sustratos.....	7
1.3.3	Movimiento de la platina para sustratos.....	7
1.3.4	Calibración de la resistencia del calefactor.....	10
2	Depósito de películas delgadas de ITO.....	10
2.1	Óxido de indio-estaño.....	10
2.1.1	Condiciones de depósito.....	10
2.1.2	Caracterización eléctrica de las películas de ITO.....	11
	Conclusiones.....	14
	Agradecimientos.....	14
	Referencias Bibliográficas.....	14

Introducción

Tradicionalmente la adquisición de un equipo comercial con fines de investigación, conlleva un conjunto de acciones permitidas o de procesos incluidos; a mayor número de estas, mayor costo. En base a esto, dependiendo de las aplicaciones para las que sea destinado dicho equipo, difícilmente cubrirá todas las posibles necesidades del universo de los clientes o usuarios. Por ésta razón, siempre es importante contemplar la posibilidad de llevar a cabo modificaciones, adecuaciones o implementaciones adicionales, con el fin de ampliar el rango de necesidades cubiertas. Dichas acciones, obviamente deberán complementar paralelamente los procesos ya incluidos en el equipo.

Las modificaciones realizadas en el equipo LEICA MED-020 modo erosión catódica (sputtering), se hicieron con el fin de llevar a cabo depósitos de películas delgadas por la técnica de erosión catódica (sputtering), a temperaturas de sustrato por arriba de la temperatura ambiente.

En el proceso de depósito de películas delgadas, la temperatura es una variable que influye de manera importante en las propiedades del material depositado, ya que permite mejorar propiedades como el rendimiento y durabilidad, además de que esto hace posible controlar la microestructura del material de forma que presente características apropiadas para alguna aplicación en particular. El control de temperatura se puede aplicar en el proceso de dos maneras: la primera consiste en llevar a cabo un tratamiento térmico post-depósito en una atmósfera controlada, la segunda consiste en llevar a cabo el proceso de depósito mientras el sustrato se mantiene a una temperatura por arriba de la temperatura ambiente. La importancia de controlar la variación de la temperatura durante el proceso se debe a la relación que existe entre la estructura y las propiedades de un material, por lo que es muy común basarse en ésta correlación para diseñar una estructura que permita obtener un conjunto de propiedades predeterminadas.

Para esto, una vez llevadas a cabo las modificaciones requeridas, y con el fin de mostrar sus alcances, se llevaron a cabo depósitos de películas delgadas de óxido de indio-estaño (ITO) a diferentes temperaturas de sustrato, con el fin de encontrar las condiciones bajo las cuales se obtienen las características requeridas. El óxido de indio-estaño (ITO) es un material ternario, el cual es transparente e incoloro en capas delgadas. En la región infraroja del espectro actúa como metal. El óxido de indio-estaño es uno de los óxidos conductores transparentes más comúnmente usados, gracias a la facilidad con la que puede ser depositado como película delgada. Éste material es mayormente depositado por técnicas físicas en fase vapor; entre ellas, las más usadas son evaporación por haz de electrones y erosión catódica (sputtering).

La gama de usos del óxido de indio-estaño es muy amplia, tanto en la investigación como en la industria. Éste material es usado principalmente en forma de películas delgadas como electrodos transparentes conductores, y como recubrimiento antireflejante, así como para paneles de cristal líquido (LCDs).

Los depósitos se llevaron a cabo en un equipo LEICA MED 020, el cual requirió la instalación de un calefactor, con el fin de llevar a cabo depósitos con temperatura por arriba de la temperatura ambiente, y se llevó a cabo también la instalación de un termopar para la medición de la temperatura del sustrato.

Se llevaron a cabo depósitos de ITO variando la concentración de oxígeno y la temperatura del sustrato, gracias a lo cual se pudo encontrar que las condiciones idóneas para lograr obtener muestras con resistencia baja y transmitancia alta son las siguientes: nulo ingreso de oxígeno durante el proceso, temperatura de sustrato de 300 °C y la presión de argón.

En la Introducción se expondrá la delimitación del tema, por ejemplo, la revisión de la literatura científica y técnica, los problemas a resolver en el estudio y posibles inconvenientes e intereses destacados.

1 Descripción general del equipo LEICA MED 020, modificaciones e implementaciones

1.1 Principios básicos de la técnica de erosión catódica

El depósito de películas delgadas con propiedades controladas requiere un ambiente de operación que interfiera lo menos posible con el proceso de la formación de la película. Debido a esto ha sido necesario llevar a cabo estos procesos en alto vacío con el fin de minimizar la interacción de los gases residuales con las superficies de las películas que se crecen.

Existen varias técnicas mediante las cuales es posible llevar a cabo el depósito de películas delgadas. Una de las técnicas más utilizadas en la fabricación de materiales semiconductores, unidades de disco duro, discos compactos y en la industria de dispositivos ópticos es la erosión catódica (sputtering). Ésta técnica consiste básicamente en el depósito de películas delgadas de un material sobre una superficie (sustrato), creando primeramente un conjunto de electrones primarios, los cuales son desprendidos de la superficie del blanco y acelerados hacia el ánodo o sustrato; en su camino colisionan con los átomos de argón, gracias a lo cual se genera un par ión-electrón. El resultado de éstas colisiones no es más que la creación de un plasma (gas neutro), en el cual los iones son acelerados hacia el cátodo o blanco (material fuente), éste material es bombardeado por los iones incidentes vía una transferencia de energía, de manera que se presenta una expulsión de material superficial mayormente neutro, en forma de átomos independientes o como conglomerados de átomos o moléculas. Estas partículas son dirigidas en todas direcciones frente al blanco, por lo que solo una parte de ellas llegará y se depositará en el sustrato. En la figura 1 pueden verse los elementos más importantes que conforman un sistema de erosión catódica; así como los actores involucrados en el proceso.

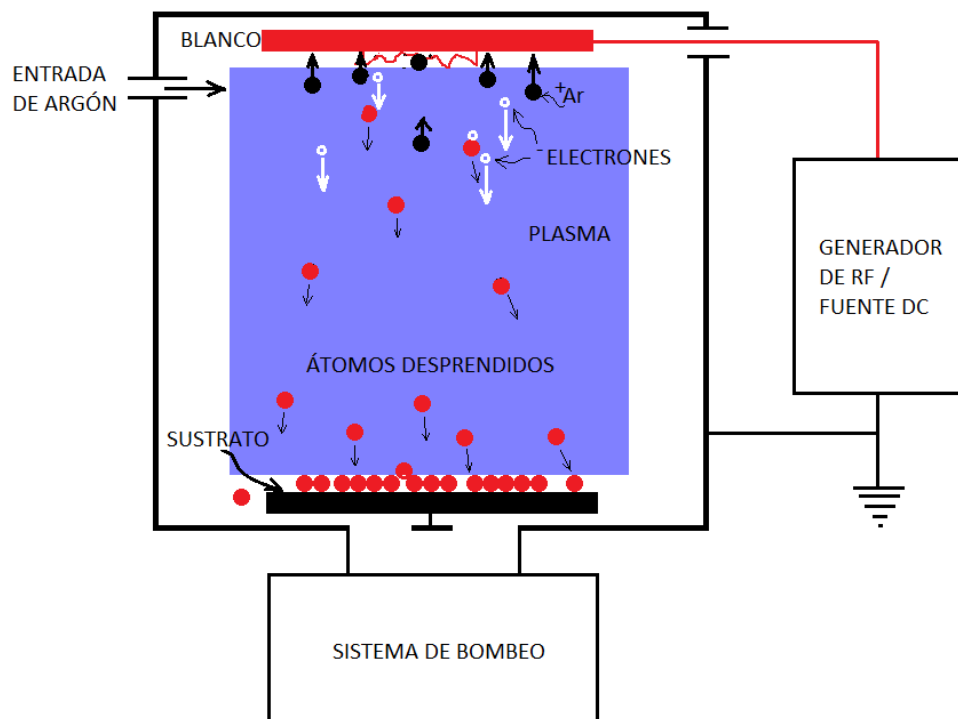


Figura 1. Aplicación de un voltaje (DC o RF), sobre un diodo conformado por el blanco (cátodo) y la cámara de vacío incluyendo el blanco (ánodo)

1.2 Equipo LEICA MED 020: Descripción del sistema original

La figura 2 muestra una imagen del equipo LEICA MED 020 del Laboratorio de Películas Delgadas; el cual es utilizado para llevar a cabo recubrimientos o depósitos de películas delgadas en dos modos, a) por evaporación y b) por erosión catódica (sputtering). En éste reporte trataremos únicamente el modo de erosión catódica.



Figura 2. Equipo LEICA MED 020

El equipo LEICA MED 020 en modo erosión catódica cuenta con un sistema que permite colocar simultáneamente cuatro blancos de diferente material, como puede verse en la figura 3. El porta sustratos es un sistema giratorio, el cual gracias a la posibilidad de moverse permite que se lleve a cabo un depósito más homogéneo.

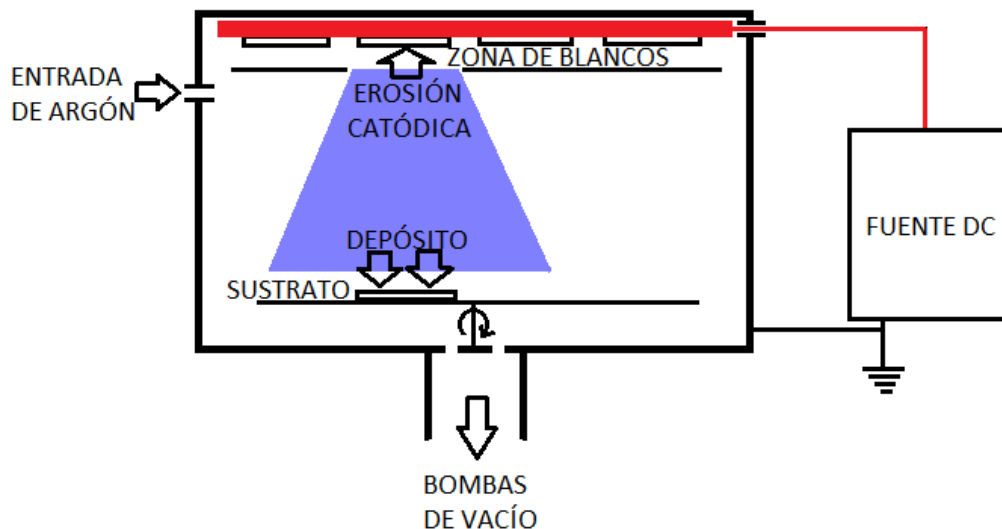


Figura 3. Esquema que muestra proceso de erosión catódica en configuración original del equipo LEICA MED 020.

El sistema de bombeo consiste en una bomba mecánica Vacuubrand MZ 2D y una bomba turbomolecular Pfeiffer HiPace 80, las cuales permiten que se llegue a un vacío del orden de 10^{-6} mBars.

1.3 Configuración del sistema de vacío modificado

Se llevaron a cabo las siguientes adaptaciones y modificaciones al sistema con el fin de aumentar la versatilidad y complementar la funcionalidad del sistema. La configuración final del sistema se puede ver en la figura 4, donde a diferencia de la configuración inicial, se puede apreciar una entrada adicional para oxígeno, un calefactor para sustratos, para el cual se agregaron entradas adicionales tanto para alimentación, como para la lectura de la temperatura del sustrato, y finalmente se llevaron a cabo las modificaciones necesarias para que el movimiento de la platina giratoria se lleve a cabo en ambos sentidos.

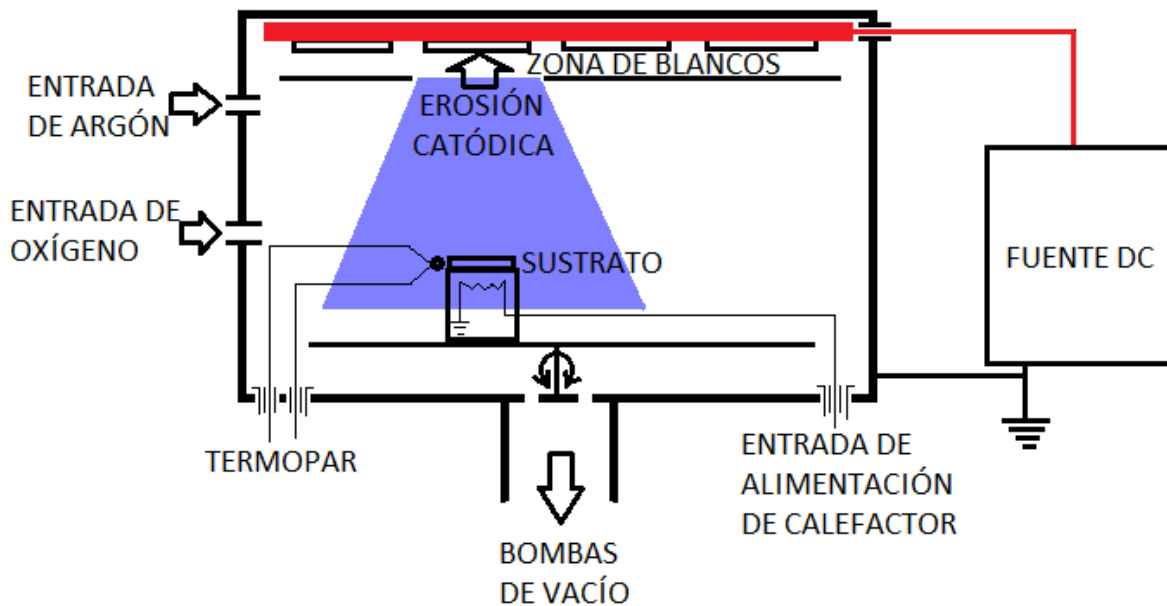


Figura 4. Esquema del proceso de erosión catódica en configuración modificada. Incluye entrada de oxígeno y instalación de calefactor de sustrato.

1.3.1 Implementación de entrada para ingreso de oxígeno

Debido a la importancia de llevar a cabo depósitos de películas delgadas de óxidos metálicos, se vio la necesidad de incluir el ingreso de oxígeno a la cámara. En la figura 5, puede verse el controlador de masa MKS modelo 1179A, el cual permite el ingreso controlado de oxígeno.



Figura 5. Controlador de masa MKS 1179A para ingreso de oxígeno y su fuente MKS 247C.

Ésta implementación nos permite controlar el flujo de entrada de oxígeno en un rango de 5 a 50 centímetros cúbicos por minuto (ccm).

1.3.2 Calefactor para sustratos

Se implementó la colocación de un calefactor para sustratos HeatWave Labs. modelo 101491-02 sobre la platina giratoria, el cual puede apreciarse en la figura 6. Éste calefactor permite calentar sustratos hasta 850°C en alto vacío (figura 6), y es alimentado mediante atravesadores eléctricos. De la misma manera, la medición de temperatura se lleva a cabo mediante el uso de un termopar tipo K, cuya señal es transmitida hasta un medidor de temperatura.

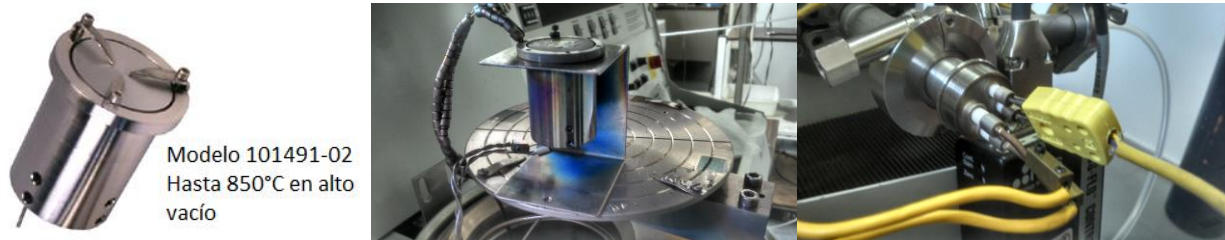


Figura 6. Calefactor HeatWave Labs. Colocación en la platina giratoria y conectores para alimentación de calefactor.

1.3.3 Movimiento de la platina para sustratos

Debido a la implementación del calefactor, se limitó el movimiento de la platina a solo media vuelta de giro, por lo que se vio la necesidad de modificar el mecanismo eléctrico del motor que se encarga de hacer girar la platina, con el fin de hacer posible el movimiento en ambos sentidos. En la figura 7 puede verse la configuración original y la configuración final del sistema.

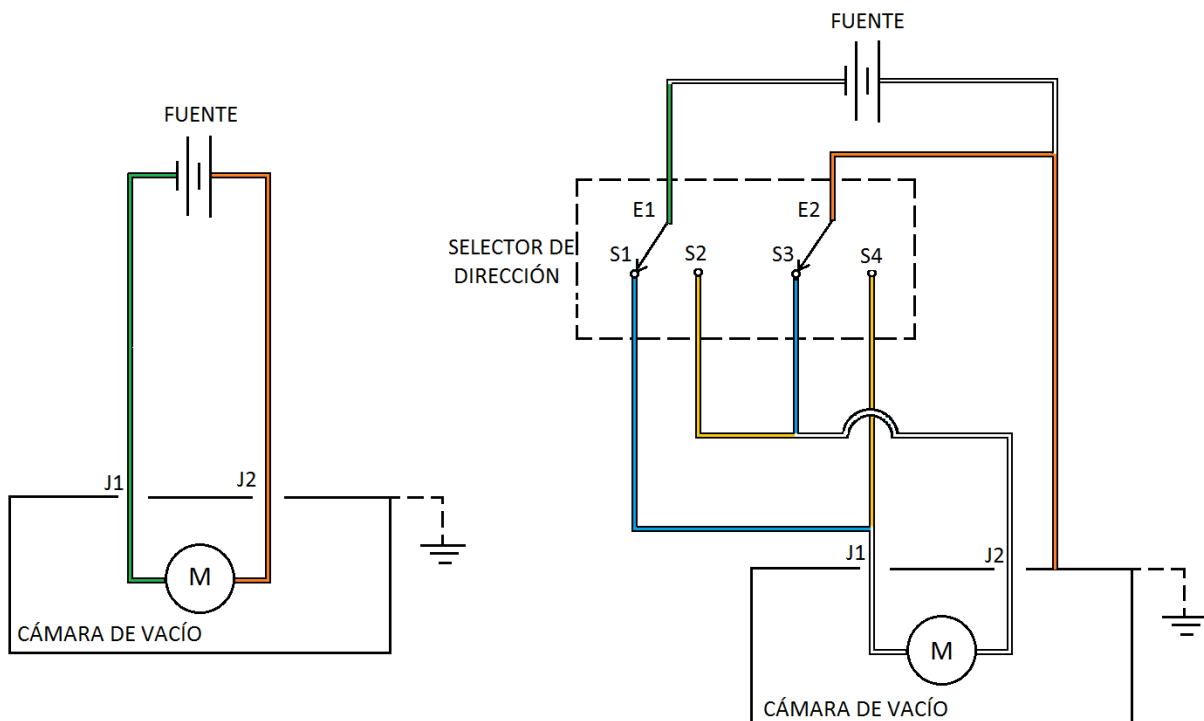


Figura 7. Conexión original y modificada de alimentación de motor de la platina giratoria.

La platina se coloca en posición tal que una vez que el calefactor se encuentra sobre ella, la distancia entre blanco y sustrato sea de 3cm. Esto significa que la platina se coloca en la posición más alejada posible. En la figura 8 puede apreciar el lugar donde se llevó a cabo la instalación del interruptor selector de dirección de la platina.



Figura 8. Localización del selector de dirección de movimiento de la platina giratoria.

1.3.4 Calibración de la resistencia del calefactor

El calefactor se alimentó mediante el arreglo que se muestra en la figura 9, de donde puede verse que la alimentación principal (120VAC), es aislada del calefactor mediante la acción de un par de transformadores, para que finalmente llegue al calefactor.

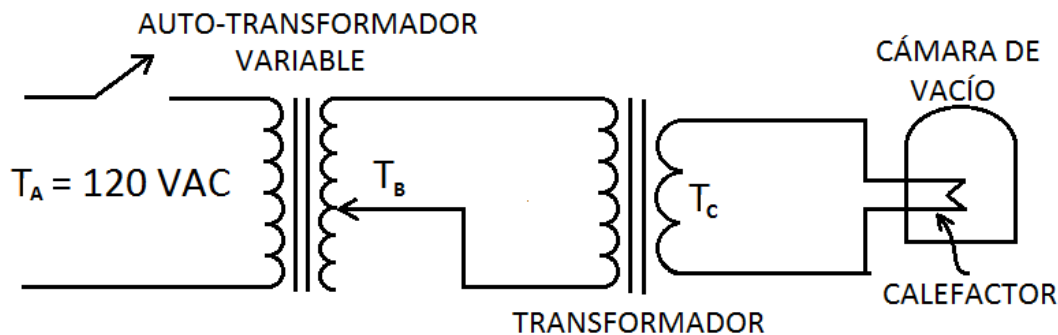


Figura 9. Diagrama eléctrico de alimentación de calefactor.

La calibración del calefactor fue llevada a cabo en vacío, la cual consistió en la variación del voltaje aplicado a la resistencia del calefactor, con el fin de realizar un seguimiento de la variación de la temperatura. Lo anterior puede verse en la figura 10, la cual muestra la dependencia de la temperatura con la variación del voltaje en el tiempo.

Es importante señalar que previo a llevar a cabo la calibración del calefactor, el equipo de vacío se lleva a las condiciones que se tendrán durante el depósito de las películas delgadas de ITO requeridas, por lo que la cámara de vacío se lleva a una presión de 7×10^{-6} mbars, después de lo cual se ingresa argón, llegando a una presión de 6.2×10^{-3} mbars.

Como puede verse en la figura 10, se llevó el calefactor a una temperatura de 200°C, para la cual se tiene contemplado realizar depósitos de ITO, con el fin de obtener las características deseadas de transparencia y conductividad.

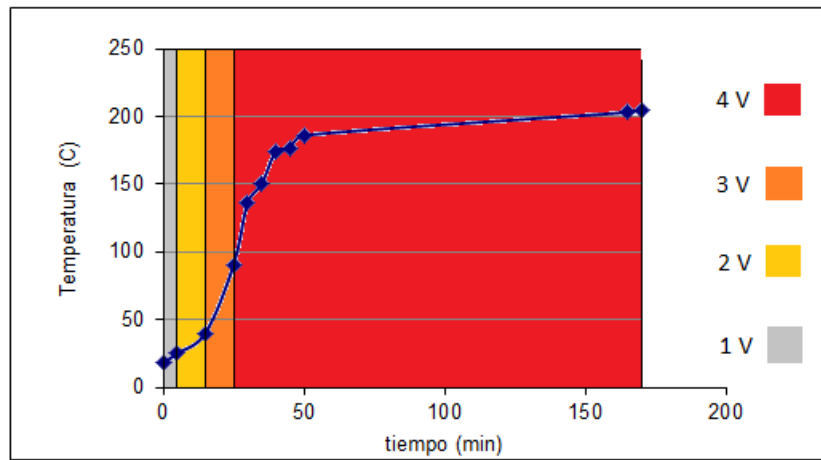


Figura 10. Variación de la temperatura en función de la variación del voltaje en el tiempo.

2 Depósito de películas delgadas de ITO

2.1 Óxido de indio-estaño

El óxido de indio-estaño que podría llamarse también óxido de indio dopado con estaño, es una mezcla de óxido de indio y óxido de estaño, típicamente óxido de indio 90% y óxido de estaño 10%. Éste material en forma de polvo presenta un color amarillo verdoso, pero es transparente e incoloro cuando es depositado en forma de película delgada con espesores de entre 1000 – 3000 Å, de ahí que cuando éste material es depositado en forma de película delgada sobre un sustrato de vidrio o sobre un material plástico transparente, es usado como electrodo transparente. De los varios óxidos conductores transparentes, el ITO es el preferido por sus características de mayor conductividad y transparencia; además de permitir un fácil grabado de patrones para crear circuitos transparentes.

Dadas las características y propiedades de éste material, es importante conocer las condiciones de depósito mediante las cuales se obtienen películas de ITO idóneas para su uso como electrodos transparentes.

2.1.1 Condiciones de depósito.

Las películas de ITO se llevaron a cabo sobre portasustratos de vidrio Corning, mediante el procedimiento que se describe a continuación:

- La cámara de vacío se lleva a una presión de 7×10^{-6} mbars.
- El sistema de vacío se pone en estado standby.
- Se permite el ingreso de argón con el fin de llevar la cámara de vacío a una presión de 3.5×10^{-2} mbars. Cabe señalar que ésta presión nos permitirá llevar a cabo el encendido de la descarga.
- Se aplica voltaje al calefactor en la forma descrita en la figura 9, de forma que la temperatura del calefactor llega a 200°C.
- Se baja la presión de argón a 6.2×10^{-3} mbars.
- Se enciende la descarga y se procede a aumentar la corriente hasta 9 mA.
- Se coloca el sustrato justo debajo del blanco, y se deja en esa posición durante 750 segundos.
- Se apaga la descarga
- Se baja el voltaje del calefactor y se deja enfriar hasta que llegue a temperatura ambiente.
- Se cierra el paso de argón.
- Se apaga el sistema de vacío.
- Una vez que el sistema ha llegado a presión atmosférica, se abre la cámara y se procede a sacar la muestra.

Se llevó a cabo el depósito de dos muestras; ambas a las mismas condiciones de depósito descritas con anterioridad, a excepción de la temperatura de sustrato, ya que a la primera (ITO1) se le aplicó voltaje de 4 volts como se describe en la figura 10, mientras que a la segunda (ITO2) no se le aplicó voltaje. En la figura 11 puede apreciarse las muestras ITO1 e ITO2.



Figura 11. Muestras ITO1 e ITO2.

2.1.2 Caracterización eléctrica de las películas de ITO

Con el fin de corroborar las características de las películas depositadas como electrodos transparentes, se llevó a cabo una caracterización mediante el método de cuatro puntas (Kim et al, 1999). Las mediciones de cuatro puntas se llevaron a cabo en el Instituto de Ciencias Nucleares, en el equipo que puede verse en la figura 12.



Figura 12. Equipo de cuatro puntas del Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica del Instituto de Ciencias Nucleares (UNAM)

Este equipo está compuesto por un dispositivo de 4 terminales (electródos), las cuales se encuentran alineadas y separadas por distancias iguales, las cuales cada una de ellas hace contacto con la superficie cuya resistividad será medida. Este dispositivo es alimentado por una fuente de DC, cuyos datos de medición son recogidos por una computadora, que cuenta con el software del cual se despliega la información final, como se muestra en las figuras 13 y 14. Se obtuvieron los siguientes resultados:

- Para la muestra ITO1 se obtuvo una resistividad de $0.00029984 \, \Omega\text{cm}$, mientras que para la muestra ITO2 la resistividad que se midió fue de $0.028733 \, \Omega\text{cm}$, como puede verse en las figuras 13 y 14.

En las figura 11 podemos ver que la muestra depositada a temperatura ambiente es menos translúcida, mientras que de las figuras 13 y 14 podemos apreciar que ésta muestra tiene una conductividad menor, lo cual puede deberse a que al aumentar la temperatura de sustrato ayuda a que haya un reacomodo del material de la película y además a que se produzca una incorporación mayor de oxígeno (Calderer, 1987).

Las mediciones de cuatro puntas se llevaron a cabo en un equipo de 4 puntas, ubicado en el Instituto de Ciencias Nucleares.

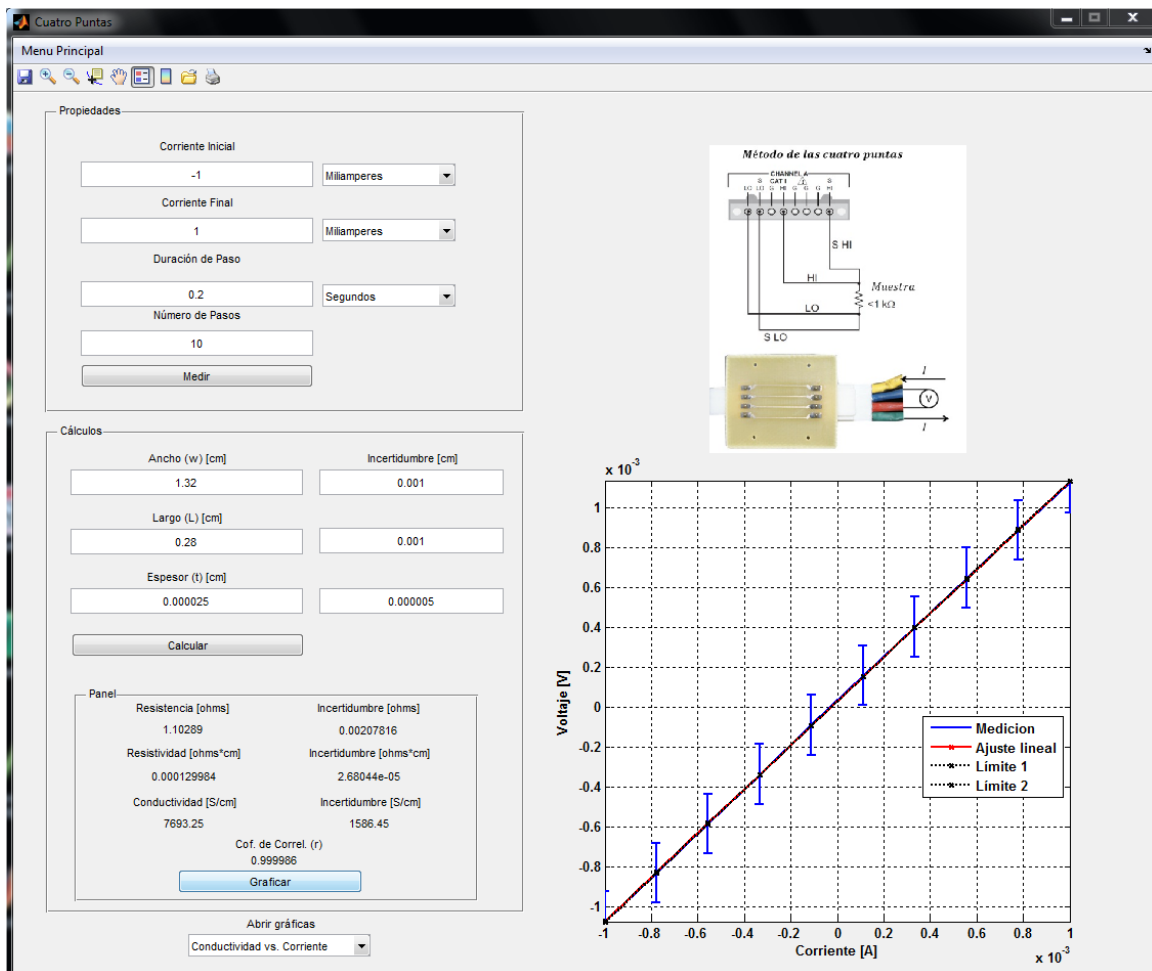


Figura 13. Ingreso de datos en el software del equipo de cuatro puntas y resultados de la medición de la muestra ITO1.

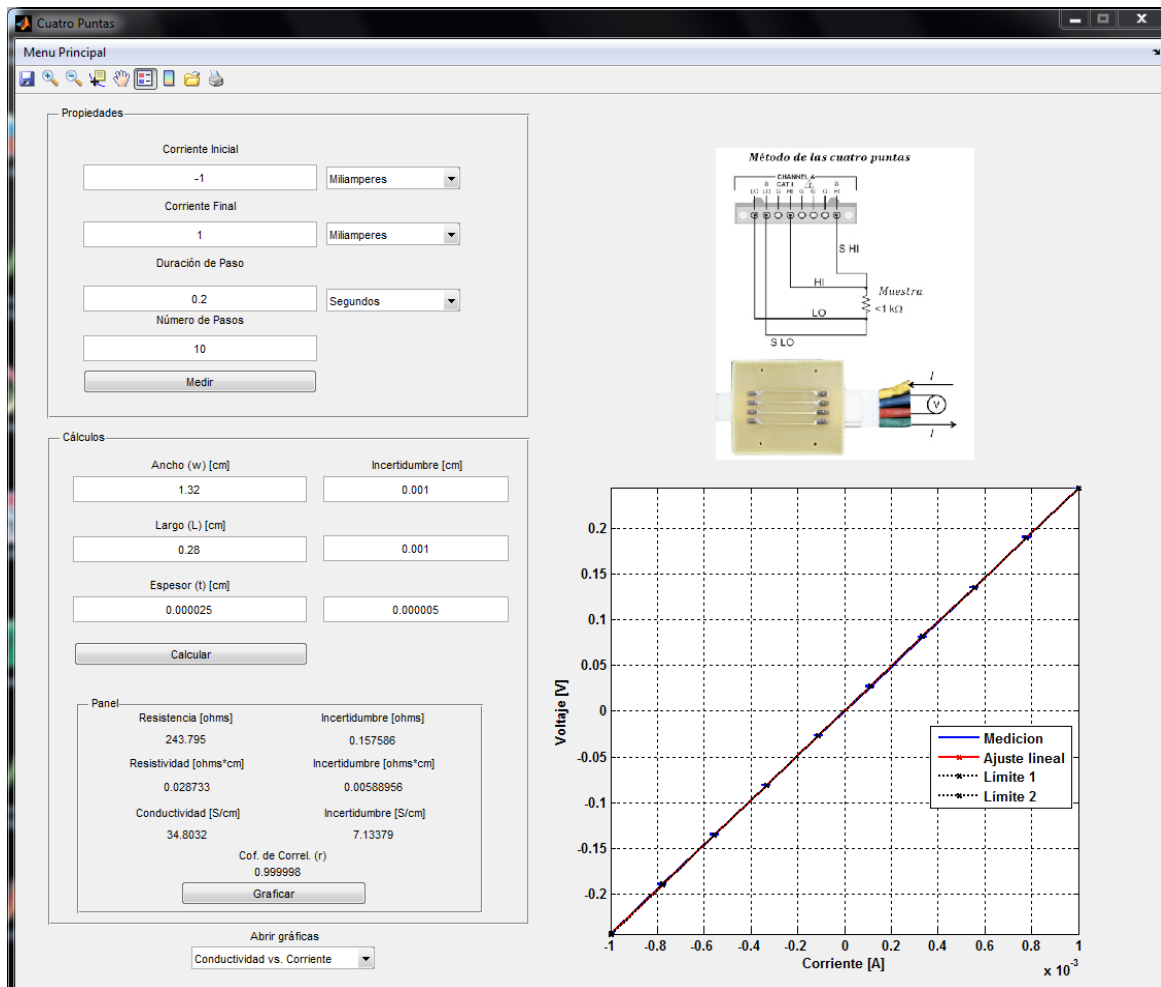


Figura 14. Ingreso de datos en el software del equipo de cuatro puntas y resultados de la medición de la muestra ITO2.

Conclusiones

- Se logró llevar a cabo las implementaciones requeridas en el equipo LEICA MED 020 con el fin de poder llevar a cabo depósitos por el método de erosión catódica a temperaturas de sustratos por arriba de la temperatura ambiente.
- Se logró depositar películas delgadas de ITO con características para ser usadas como electrodos transparentes.

Agradecimientos

A la Dra. Rosalba Castañeda Guzmán del departamento de Fotofísica y Películas Delgadas del CCADET, por su intervención para la obtención del equipo LEICA MED 020. Al Dr. Víctor Hugo Meza Laguna del ICN-UNAM, por sus mediciones de cuatro puntas. A los proyectos

Referencias Bibliográficas

Calderer J. (1987) Effects of the atmosphere on the resistance of ITO thin films, **Vacuum**, 37(5-6), p. 441-442.

Karasawa T., Miyata Y. (1993) Electrical and optical properties of indium tin oxide thin films deposited on unheated substrates by d.c., **Thin Solid Films**, 223(1), p. 135-139.

Kim H., Gilmore M., Piqué P., Horwitz J. S., Mattoussi H., Murata H., Kafafi Z. H. and Chrisey D. B. (1999) Electrical, optical and structural properties of indium-tin oxide thin films for organic light-emitting devices, **Journal of Applied Physics**, 86(11), p. 6451-6461.