

GUÍA LABORATORIO 5: ESTUDIO DE LA PERCOLACIÓN EN FILMS NANOESTRUCTURADOS.

María Gabriela Capeluto

Objetivos de la práctica.

En esta práctica se estudiará la formación de films metálicos ultradelgados, producidos por DC magnetron sputtering. Se observarán los procesos de nucleación y percolación. Se estudiarán las características del espectro de absorción para distintos tiempos de depósito y se correlacionarán estas mediciones con la topografía de las muestras relevadas empleando un AFM.

Temas relacionados con la práctica: Formación de films delgados metálicos: nucleación, percolación. Absorción de luz en films y partículas metálicas, plasmones.

Técnicas con las que se familiarizarán: DC magnetron Sputtering, espectrometría de absorción, microscopía de fuerza atómica.

INTRODUCCION

El recubrimiento de sustratos con capas delgadas de metales es de gran importancia para las tecnologías contemporáneas, entre las que se puede mencionar los recubrimientos ópticos, protección anti corrosión, los dispositivos semiconductores. En particular, los recubrimientos metálicos tienen aplicaciones en catálisis, sensores gaseosos, microelectrónica, materiales magnéticos, etc. Hoy en día se utilizan diferentes métodos para producirlos entre los que se puede nombrar el sputtering, la deposición por láser pulsado, la evaporación en vacío, las técnicas basadas en la utilización de la fase de vapor, el crecimiento epitaxial por haz de moléculas (molecular beam epitaxy). La tasa de crecimiento y la morfología de estos films metálicos depende no solo de la técnica de crecimiento, sino de las propiedades del sustrato, los átomos adsorbidos, la fuerza de interacción de los átomos con la superficie del sustrato. La fase inicial del crecimiento de un film y su morfología es un problema persistente en física de films delgados y también en la tecnología de las aplicaciones.

La producción de estos films se da usualmente a través de etapas de nucleación y crecimiento. Estas etapas involucran adsorción, difusión en la superficie, interacciones químicas y otros procesos atómicos en superficies.

Fenomenológicamente se pueden considerar tres etapas: Formación de islas, coalescencia, formación del film. En primer lugar, los átomos de metal comienzan depositándose formando islas o clústeres aislados. A medida que el tiempo aumenta, estas islas crecen de tamaño. Cuando la coalescencia comienza, se observan clústeres de islas que forman ramificaciones. A pesar de que se observan clústeres formados por islas, las islas siguen creciendo individualmente con el incremento del tiempo de exposición. Entonces tanto las islas como los clústeres de islas crecen en tamaño simultáneamente. El número de islas que forma un clúster crece con el tiempo de depósito a medida que el número de islas individuales disminuye hasta desaparecer. El crecimiento tanto de las islas como de los clústeres ocurre debido a que se deposita constantemente átomos del metal.

En el apéndice se pueden observar imágenes tomadas con un microscopio de barrido electrónico (SEM por sus siglas en inglés, scanning electron microscopy), de la formación de films en función de distintos tiempos de depósito. Estas figuras pueden ser tomadas como referencia en el transcurso de la práctica.

TECNICAS EMPLEADAS

- 1) DC Magnetron Sputtering
- 2) Microscopia de Fuerza Atómica (AFM)
- 3) Espectrometría de absorción.

METODOLOGIA

- 1) Limpiar cuidadosamente cubreobjetos de vidrio, estableciendo un protocolo para la limpieza de los mismos.
- 2) Depositar Au sobre los cubreobjetos por sputtering empleando distintos tiempos de sputtering.
- 3) Medir los espectros de absorción empleando el espectrómetro Thorlabs
- 4) Medir la topografía de las muestras empleando un AFM
- 5) Relacionar las mediciones obtenidas en 3) y 4)

1. LIMPIEZA.

En todo proceso de fabricación de muestras, la limpieza es uno de los puntos cruciales, no solo por una cuestión de prolijidad, sino porque las características del producto final pueden ser afectadas por la modificación del sustrato. Existen varios protocolos de limpieza, aquí se nombran dos:

Protocolo 1

- 1) Lavado con detergente
- 2) Limpieza en sonicador de batea usando isopropanol en primer lugar, y luego acetona
- 3) Enjuagar con metanol
- 4) Secar en horno a 110°C o con gas nitrógeno

Protocolo 2

- 1) Lavado con detergente
- 2) 30 segundos en HF al 5%
- 3) Enjuagar con metanol
- 4) Secar en horno a 110°C o con gas nitrógeno

En el apéndice se muestra un ejemplo de muestras fabricadas con ambos procesos, conducen a resultados muy diferentes.

2. DEPOSITO DE MATERIAL

Seguir cuidadosamente las instrucciones del manual para usar el equipo de sputtering. Depositar oro en los cubreobjetos utilizando distintos tiempos de sputtering. Elegir del orden de 5 tiempos, en base a las imágenes SEM que se encuentran en el apéndice. Tener en cuenta que el depósito será uniforme en el centro del porta muestra y decrece hacia el exterior radialmente, por lo que es conveniente colocar al cubreobjetos en el centro del porta muestra. Esto mismo puede usarse a favor para fabricar una sola muestra. ¿Cómo?

3. ABSORBANCIA

Medir la absorbancia de las muestras fabricadas. La absorbancia es

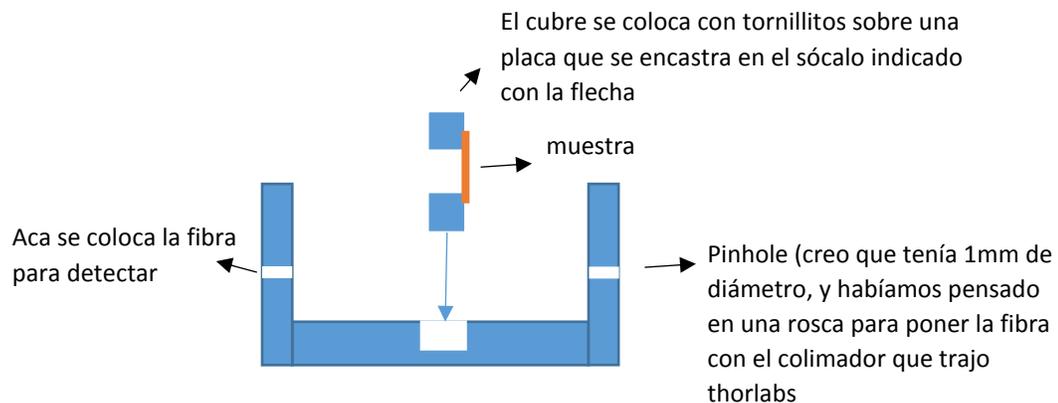
$$Abs(\lambda) = -\ln\left(\frac{I(\lambda)}{I_0}\right)$$

Tener en cuenta que en primer lugar hay que caracterizar el espectro de la lámpara. ¿Es la intensidad incidente igual para todo el espectro? Si no, ¿cómo cambia la expresión para la absorbancia? ¿Cómo se tiene en cuenta el sustrato en esta medición? ¿Cuál es el espectro de absorción del vidrio?

Comparar en primer lugar el comportamiento global de los espectros para distintos tiempos de de sputtering. ¿Qué diferencias se observan a tiempos cortos y tiempos largos?

Comparar con espectros de nano partículas y con espectros de films continuos de oro.

NOTA: Andrea, Damián había fabricado un “dispositivo” que consistía en dos pinholes enfrentados, para que la luz de la lámpara del espectrómetro este mas colimada. De todas formas, yo hice una prueba y funciona bien sin eso. Creo que mejoraría bastante. Te hago un dibujito de lo que había hecho más o menos. No recuerdo si lo termino 100% ahora.



3. TOPOGRAFIA

La topografía de las muestras será caracterizada empleando un AFM. A partir de las imágenes analizar:

- 1) Estadística de tamaños y porcentaje de recubrimiento, en función del tiempo de depósito a partir del análisis de las imágenes AFM
- 2) Determinar el tiempo de coalescencia

LECTURA:

- 1 J A Venables, G D T Spiller and M Hanbucken, "Nucleation and growth of thin films" Rep. Prog. Phys., Vol 47, pp 399-459, 1984.
- 2 Schwartzkopf et al. **Interesante complementario**
- 3 Seccion 2.1 del paper de Xenogiannopoulou et al
- 4 Las teorías de escala del paper de Brault et al.
- 5 Malinský et al.
- 6 Tvarožek et al.