

FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE OXIDO DE ZINC (ZnO), ELABORADAS CON LA TÉCNICA SPUTTERING RF, PARA EL ESTUDIO Y ANÁLISIS DE LAS PROPIEDADES PIEZOELÉCTRICAS.

DIEGO HERNÁN SALAZÁR ALARCÓN

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
INGENIERÍA FÍSICA
POPAYÁN
2010.**

FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE OXIDO DE ZINC (ZnO), ELABORADAS CON LA TÉCNICA SPUTTERING RF, PARA EL ESTUDIO Y ANÁLISIS DE LAS PROPIEDADES PIEZOELÉCTRICAS.

DIEGO HERNÁN SALAZÁR ALARCÓN

Trabajo de Grado presentado como requisito parcial para optar al título de **INGENIERO FÍSICO** en la modalidad de trabajo de investigación.

Director
Dr. Gilberto Bolaños Pantoja

UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
INGENIERÍA FÍSICA
POPAYÁN
2010.

Nota de Aceptación

Director

Dr. Gilberto Bolaños Pantoja

Jurado

Ms. Jorge Washington Coronel

Jurado

Esp. Diego Alberto Bravo Montenegro

Fecha de sustentación: Popayán, Febrero 26 de 2010

“Vivimos una época rica en inteligencias creadoras, cuyas expresiones han de acrecentar considerablemente nuestras vidas.”

Albert Einstein

DEDICATORIA

Este trabajo lo dedico a Díos creador del universo y de la vida, a mis padres Norma y Libardo trabajadores incansables de la firmeza, responsabilidad, perseverancia y rectitud, a mi hermano Leonardo senda de seguridad, impulso y esperanza para la ciencia y la sociedad.

A mis abuelos, mi tia Betty, mi tia Janeth, y toda la familia Alarcón, de quienes siempre recibo una sonrisa y palabras de aliento a pesar de las dificultades cotidianas.

Al tio Alejo, a mi tio Hernando, por el ejemplo de trabajo y perseverancia que me han dado para salir adelante.

A todos mis primos por la constancia, dedicación y esfuerzo que demuestran en el día a día, para formarse y ser profesionales.

A mis amigos Leo, El Flaco, Carlos, Horacio, Cesar, Itzjak, Nathalie, Camilo, Claudia, Paola, Juanjo, quienes a pesar de sus ocupaciones siempre han tenido tiempo, amistad, consejo y sonrisa para mi, cuando lo he necesitado.

A mis amigos Julio, Fredy, David y Chucho, con quienes me encontré durante la carrera, a quienes admiro mucho, y de quienes he aprendido muchas cosas valiosas académica y personalmente.

AGRADECIMIENTOS

El autor de este trabajo expresa sus agradecimientos a:

Los integrantes del grupo de bajas temperaturas. Al profesor Gilberto Bolaños Pantoja (Profe Gil) quien más que un director, ha sido un amigo que siempre ha querido lo mejor para mi, propiciando un ambiente de trabajo, exigencia y dedicación, siempre abierto a dar y recibir sugerencias y opiniones.

Al profesor Jorfe Washington Coronel, quien más que un docente ha sido un maestro, amigo y padre adoptivo para mi durante toda la carrera, haciéndome ver siempre la física de una manera diferente, con sonrisa y jocosidad, pero siempre exigente esperando los mejores resultados de mi parte, enseñando cada día con dedicación, con el alma y el corazón, inculcando siempre la importancia de considerar las matemáticas como un bello lenguaje y a la física como su poema.

Al profesor Carlos Alberto Rincón (El profe Charlie), por su sincera amistad aportes y observaciones siempre importantes, que a pesar de sus ocupaciones, siempre estuvo pendiente de mi evolución durante la carrera desde mecánica clásica hasta el trabajo de grado.

A Cesar Quinayas (Doctor C), amigo incondicional, quien siempre ha estado ahí durante todo el trabajo de grado, presto a opinar, dar ideas y a responder interrogantes cuando así lo he requerido (Lo admiro mucho), por su forma de ver siempre la electrónica y la física, como bases principales e indiscutibles de la ingeniería siempre aplicada y no inútil como muchos piensan.

Al profesor Luis Fernando Echeverry (El Master), quien siempre tuvo el amor y la dedicación con todos sus alumnos para enseñar con alto nivel de exigencia y expresar la famosa frase célebre, que algún día todos escuchamos en una sustentación: “Maestro..... Vaya estudie”, esperando siempre lo mejor de cada uno de nosotros, inculcándonos siempre la excelencia.

Al profesor Jorge Rodríguez por su colaboración, dedicación, amor por la docencia y exigencia en sus clases, además de estar atento en todo momento al desarrollo de éste trabajo, con sus opiniones y observaciones.

A los profesores Diego Bravo, Mario Patiño y Leonairo Pencue, por inculcarnos siempre el “funciona o no funciona”, y el ser y el saber de un ingeniero en la parte electrónica, óptica, de metrología, de procesamiento de imágenes, de instrumentación y control, y de programación.

A Julinho, mi compañero incondicional de mil batallas durante toda la carrera y hasta el final del trabajo de grado, siempre enfrentándonos a lo que viniera y cuando viniera.

A Vannesa, Lina y Yamileth, por su tiempo, disposición y aportes durante mi estancia en el laboratorio.

A todos los maestros, amigos y compañeros del departamento de física, que siempre nos han inculcado el ir en búsqueda del conocimiento, formando personas que sepan pensar como físicos y hacer como ingenieros.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
DEDICATORIA	5
AGRADECIMIENTOS	6
RESUMEN	12
INTRODUCCION	14
CAPÍTULO 1. CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS	16
1.1 DEPOSICIÓN FÍSICA DE VAPOR (PVD)	16
1.2 SISTEMA MAGNETRÓN SPUTTERING RF	17
CAPÍTULO 2. EL OXIDO DE ZINC (ZnO) Y PIEZOELECTRICIDAD	21
2.1 ESTRUCTURA CRISTALINA DEL ZnO	21
2.2 PIEZOELECTRICIDAD.	23
2.3 PIEZOELECTRICIDAD EN OXIDO DE ZINC (ZnO)	29
CAPÍTULO 3. DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA VARIADOR DE FRECUENCIA PARA CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS PIEZOELÉCTRICAS (FSS)	30

3.1 GENERALIDADES DEL FSS	30
3.2 ETAPAS DE DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DEL FSS	31
3.2.1 BUCLA TÍPICA DEL SISTEMA	31
3.2.2 PLANTA	32
3.2.3 DISPOSITIVO CONVERTOR DE FRECUENCIA A VOLTAJE DC PARA REALIMENTACIÓN	33
3.2.4 DISEÑO DEL CONTROLADOR	33
3.2.5 IMPLEMENTACIÓN DEL CONTROLADOR	35
CAPÍTULO 4. CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA	36
4.1 MÉTODO DE VAN DER PAUW	36
4.2 CURVAS CORRIENTE –VOLTAJE	37
4.3 CURVAS RESISTENCIA –TEMPERATURA	38
4.4 ADQUISICIÓN AUTOMÁTICA DE DATOS	40
4.4.1 DESCRIPCIÓN DEL BUS GPIB	40
4.4.2 ESTRUCTURA DE UN SISTEMA GPIB	40
4.4.3 SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS	42
CAPÍTULO 5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	44
5.1 ELABORACIÓN DEL BLANCO DE (ZnO)	44
5.2 ADECUACIÓN DEL SISTEMA MAGNETRÓN SPUTTERING RF 13.56 MHz	49
5.2.1 DISEÑO PROPUESTO	51
5.2.2 DISEÑO IMPLEMENTADO	52

5.3 DATOS EXPERIMENTALES DE FUNCIONAMIENTO DEL FSS	53
5.3.1 ECUACIONES QUE RÍGEN LA DINÁMICA DEL SISTEMA	54
5.3.2 CURVAS DEL SISTEMA	56
5.3.3 SIMULACIÓN EN MATLAB DEL FSS	60
5.4 FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE ZnO UTILIZANDO EL SISTEMA MAGNETRÓN SPUTTERING RF 13.56MHz	63
5.4.1 PARÁMETROS DE CRECIMIENTO	63
5.4.1.1 SUSTRATOS SELECCIONADOS	63
5.4.1.2 ETAPA DE PRE-SPUTTERING	64
5.4.1.3 ETAPA DE SPUTTERING	66
5.4.2 RECOCIDO DE PELÍCULAS DELGADAS DE ZnO CRECIDAS SOBRE VIDRIO, CUARZO Y SILICIO.	70
5.5 CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA DE PELICULAS DELGADAS DE ZnO	74
5.5.1 MEDIDAS DE RESISTENCIA ELECTRICA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA	74
5.5.2 MEDIDAS DE VOLTAJE EN FUNCIÓN DE LA CORRIENTE APLICADA A PELÍCULAS DELGADAS DE ZnO	76
5.6 CARACTERIZACIÓN DE RESPUESTA PIEZOELÉCTRICA	79
5.6.1 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / Si (100) (1hr) RECOCIDO 900⁰C (1hr) SEGÚN RAMPA	83
5.6.2 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / SiO₂ (x-cut) (1hr) RECOCIDO 900⁰C (1hr) SEGÚN RAMPA	92
5.6.3 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / Si (100) (2hr) RECOCIDO 900⁰C (1hr) SEGÚN RAMPA	99

5.6.4 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / SiO₂ (x-cut) (2hr) RECOCIDO 900⁰C (1hr) SEGÚN RAMPA	107
5.7 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	114
CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES	118
RECOMENDACIONES	123
PARTICIPACIÓN EN EVENTOS CIENTÍFICOS	123
REFERENCIAS	124

RESUMEN

En el presente trabajo presenta el crecimiento de películas delgadas de Oxido de Zinc (ZnO) sobre sustratos de vidrio, silicio (Si) y cuarzo (SiO₂), utilizando la técnica de Magnetron Sputtering a partir de un blanco de Oxido de Zinc (ZnO) elaborado mediante procesos de prensado y sinterizado del material en verde, identificando parámetros de crecimiento óptimos, para la fabricación de películas delgadas de ZnO de alta calidad. Se estudia la variación de la piezoelectricidad en el oxido de zinc (ZnO) dependiendo del sustrato mediante caracterización estructural, apoyados en medidas de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), y eléctricas mediante curvas de corriente - voltaje y resistencia – temperatura.

Además se presenta el diseño e implementación de un sistema variador de frecuencia, para caracterizar películas delgadas piezoeléctricas (FSS), que permite la caracterización de propiedades en materiales piezoeléctricos en película delgada, suministrando voltajes con frecuencias deseadas en el rango del ultrasonido bajo y complementando la caracterización de respuesta piezoeléctrica del Oxido de Zinc (ZnO) crecido en película delgada, mediante el uso de un generador de señales y un emisor de tono constante de estado sólido EAI - 550K, permitiendo obtener una respuesta del material activo en el rango del ultrasonido medio y alto, obteniendo señales de respuesta como voltaje AC, con amplitudes del orden de milivoltios (mV) en el osciloscopio Lecroy 9310CM, ante una presión sonora enviada con frecuencias ubicadas entre 0 y 1 MHz con una intensidad de 115dB como estímulo sobre la película delgada.

Obtener películas delgadas de Oxido de Zinc (ZnO) con propiedades piezoeléctricas, permite pensar en la generación de innovadoras aplicaciones tecnológicas, mediante el uso del ZnO como elemento activo en película delgada de un resonador acústico en bloque (FBAR), como sensor de ultrasonido, como piezo-transductor en un STM, o como elemento piezoeléctrico activo en un filtro de onda superficial (SAW), además de tener aplicaciones en reguladores de presión proporcionales neumáticos, sensores de vibración en guitarras eléctricas, motores piezoeléctricos y transductores ultrasónicos entre otros.

INTRODUCCION

El zinc es un metal de transición con estado de valencia +2, lo que hace posible la unión del anterior con el oxígeno para formar el óxido de zinc, por la diferencia de electronegatividades, entre estos, generando una alta ionicidad en su enlace.

Por otra parte el óxido de zinc presenta un comportamiento semiconductor con gap de 3,35eV (A temperatura ambiente) con estructura tipo wurtzita según el modelo de empaquetamiento compacto, con punto alto de fusión (2000°C), y con alta resistividad eléctrica de (10^6 ohms/cm). Además presenta propiedades físicas importantes, razón por la cual es usado como activador para disminuir el tiempo en el proceso de la vulcanización del caucho, y otras aplicaciones como en dispositivos acusto-ópticos, varistores (Evitar Sobretensiones), sensores de gas, electrodos transparentes conductores, como ventana óptica en células solares o su uso en transductores acústicos [1], entre los más importante si a aplicaciones tecnológicas se refiere.

Debido a las importantes propiedades físicas que presenta el oxido de zinc y a la apresurada evolución de la ciencia en busca de encontrar nuevas y mejores propiedades físicas en los materiales, que sean implementadas en innovadoras aplicaciones tecnológicas, y que puedan reemplazar dispositivos ya existentes mediante el uso de materiales con un mejor desempeño, cada vez más eficientes y con un tamaño menor, buscando realizar el estudio y análisis del desempeño del ZnO como material piezoeléctrico activo mediante el estudio de la relación entre la estructura y las propiedades de dicho material en película delgada, crecido mediante la técnica de magnetron sputtering RF de 13,6 MHz sobre sustratos de cuarzo y silicio, con el objetivo de estudiar las propiedades piezoeléctricas de esas

películas delgadas, hallando las condiciones óptimas de fabricación de las anteriores, mediante la manipulación de variables como potencia del plasma, cantidad de argón en la cámara, presión en la cámara, temperatura del sustrato, y distancia entre el blanco y el sustrato.

En cuanto a aplicaciones tecnológicas puntuales, el uso del óxido de zinc como material piezoeléctrico activo, ha atraído la atención de los científicos debido a sus importantes características físicas para ser usado en película delgada, como parte esencial y fundamental de los resonadores acústicos a nivel microscópico (*Thin Film Acoustic Resonator FBAR*). Estos resonadores acústicos en bloque actúan en principio como filtros pasa altas y eliminan las frecuencias bajas deseadas [2] (generalmente menores a 70 Hz), mediante filtros que son diseñados y concebidos para ser implementados en altavoces amplificadores de sonido, obteniendo una dispersión uniforme y lineal del sonido [3], sin embargo el material piezoeléctrico activo puede responder tanto a bajas frecuencias como a altas frecuencias de diferente manera, dependiendo de la aplicación en la cual sea implementado.

Estudiar el comportamiento piezoeléctrico del óxido de zinc como material activo crecido en película delgada, es una importante posibilidad de encontrar en éste material nuevas posibilidades de aplicación tecnológica, mediante el avance en la comprensión de la relación estructura propiedades del ZnO, ya que aunque un PZT posee una mejor respuesta como piezoeléctrico, el Óxido de Zinc es más fácil de depositar y tiene mayor compatibilidad con materiales semiconductores para la fabricación de sistemas Micro Electro Mecánicos (MEMS) [4].

CAPÍTULO 1. CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS

1.1 DEPOSICIÓN FÍSICA DE VAPOR (PVD)

La pulverización catódica forma parte de una familia de métodos usados para la deposición de películas delgadas, denominado Deposición Física de Vapor (Physical Vapor deposition (PVD)). Este método se aplica a los procesos físicos en los cuales los átomos son removidos de un material y depositados en otro; el material del cual se desprenden los átomos es denominado *blanco* y el material sobre el cual van a ser depositados los átomos removidos se denomina *Substrato*. Actualmente es uno de los métodos más empleados para el crecimiento de películas delgadas. Este sistema se basa en la pulverización por bombardeo iónico del material a depositar: los iones proceden del plasma generado por la descarga luminosa (*Glow Discharge*) entre dos electrodos, de los cuales en el cátodo se sitúa el blanco del material a depositar. Los electrones del plasma acelerados por el campo eléctrico, son los encargados de mantener el plasma colisionando con átomos del gas produciendo más iones y electrones. El campo acelera los iones contra el blanco con la energía suficiente para desprender átomos de éste, los cuales son recogidos en el substrato en el proceso de crecimiento. Para generar la descarga se aplica una corriente alterna de radiofrecuencia (*Rf*) a los electrodos, logrando de ésta manera pulverizar cualquier tipo de blanco. Este método se conoce como **pulverización catódica RF**: al aplicar una corriente alterna a los electrodos con una frecuencia mayor a 1 MHz, los iones no pueden responder a la frecuencia aplicada y los electrones adquieren nuevos mecanismos de ganancia de energía, y sus oscilaciones permiten al gas alcanzar la suficiente ionización, para mantener la descarga sin necesidad de

emisión de electrones secundarios. La frecuencia estándar para un sistema de Sputtering RF es 13.56 MHz [5].

1.2 SISTEMA MAGNETRÓN SPUTTERING RF.

Un sistema Magnetrón Sputtering RF está compuesto por una cámara en la cual se le hace vacío y donde se realiza el crecimiento de películas delgadas, una fuente que suministra la energía suficiente para ionizar el gas presente en la cámara y generar el plasma, un sintonizador que permite obtener un plasma estable y una potencia reflejada mínima, un magnetrón que permite confinar los electrones en una región determinada, un horno para suministrar energía en forma de calor al sustrato y un porta-sustratos que es donde finalmente es colocado el anterior, para el crecimiento de la película delgada.

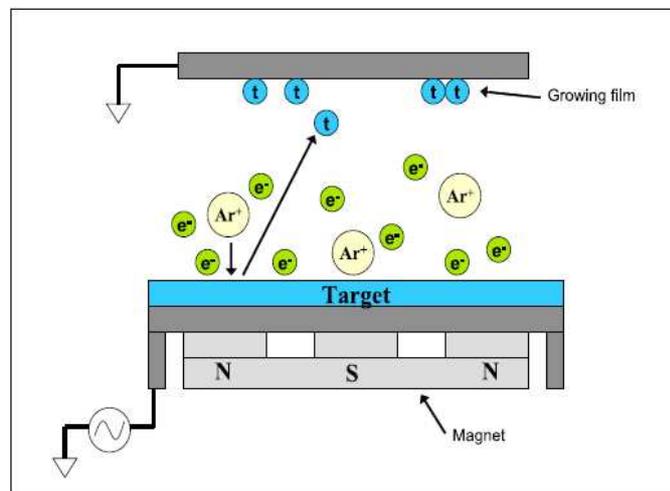


Figura 1.1 Diagrama Simplificado de un Sistema Magnetrón Sputtering RF.

El acoplamiento de la señal rf al electrodo se hace a través de un condensador en serie, aprovechando su baja impedancia en el régimen de la frecuencia utilizada. Al aplicar una señal de radiofrecuencia se suele utilizar una configuración

asimétrica entre los electrodos: el ánodo es de mayor tamaño que el cátodo, en donde se sitúa el blanco. En la figura 1.2 se observa el diagrama de acoplamiento, donde C_c es el condensador de acople.

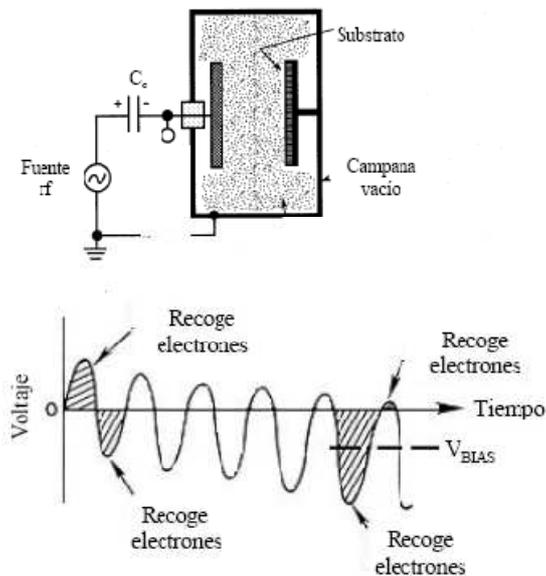


Figura 1.2 Esquema de un sistema de pulverización catódica RF asimétrico y efecto del condensador de acople en el voltaje resultante en el cátodo.

En esta configuración, el electrodo de menor tamaño recibe menor corriente iónica ($I_i = j_i A$). Por otro lado la corriente electrónica es independiente de las áreas de los electrodos, sólo depende de la parte del ciclo donde se encuentre la señal.

Cuando el electrodo es alimentado positivamente, los electrones irán hacia él, y al contrario en la fase negativa del ciclo. El resultado es en promedio que el ánodo recibe menos corriente iónica que electrónica, afectando negativamente la pulverización del blanco, lo cual se soluciona con el condensador de acoplamiento que se carga negativamente junto con el cátodo, bloqueando la señal continua de la corriente electrónica. La carga negativa acumulada en el condensador hace que la curva sinusoidal que representa la variación del voltaje en el cátodo se vaya desplazando hacia valores negativos provocando una reducción en el tiempo y en

el voltaje de atracción de electrones, acompañado por un aumento en el tiempo y voltaje de atracción de iones.

El resultado es la pulverización predominante en el cátodo con un incremento en la cantidad de iones que bombardean el blanco y una reducción en la pérdida de electrones.

Para aumentar la efectividad del proceso de pulverización y lograr reducir la presión necesaria para mantener el plasma, se hace uso de un magnetrón; a este método se le denomina **Pulverización con magnetrón**. En este sistema se superpone un campo magnético a la descarga de manera que los electrones secundarios se vean afectados por la fuerza de Lorentz generada por el campo, quedando atrapados en orbitas helicoidales, aumentando así el camino recorrido y por lo tanto tener mayor probabilidad de chocar con los átomos para ionizarlos. Este efecto es el que permite disminuir la presión necesaria para mantener un plasma estable, permitiendo a su vez el crecimiento de películas en un medio mas libre de impurezas. Además con el magnetrón se confinan los electrones en una zona próxima al cátodo aumentando la efectividad de la pulverización, ya que ionizan principalmente los átomos cercanos al blanco.

En la figura 1.3 se muestra esquemáticamente la geometría del magnetrón así como las trayectorias seguidas por los electrones.

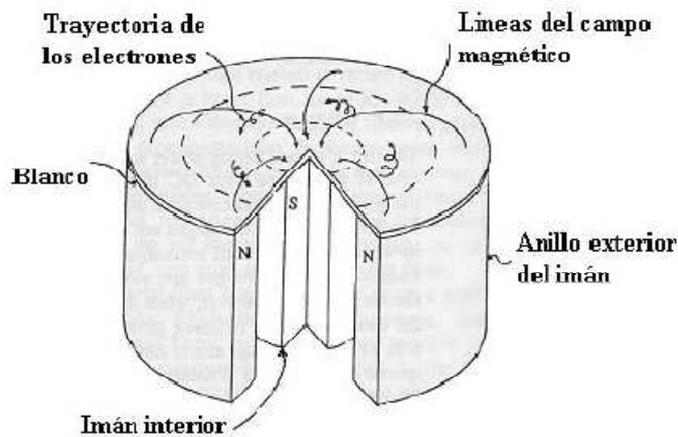


Figura 1.3 Esquema del magnetrón circular planar con las correspondientes líneas de campo magnético y las trayectorias helicoidales descritas por los electrones.

La **Pulverización reactiva** se realiza introduciendo en la cámara un gas, para que reaccione con los átomos desprendidos del blanco y así obtener un compuesto determinado en el sustrato, se utiliza principalmente para obtener óxidos, nitruros y carburos. Para que puedan formarse estos compuestos, el flujo del gas reactivo debe ajustarse de manera que la reacción tenga la relación estequiométrica deseada [6].

En este trabajo se utiliza un blanco de Oxido de Zinc y luego se introduce una cantidad de argón –para remover los átomos del blanco- en la cámara, para finalmente hacer el crecimiento de las películas delgadas de ZnO sobre sustratos de vidrio, cuarzo y silicio.

CAPÍTULO 2. EL OXIDO DE ZINC (ZnO) Y PIEZOELECTRICIDAD

2.1 ESTRUCTURA CRISTALINA DEL ZnO

El óxido de zinc (ZnO) es un semiconductor con un gap aproximado de 3,35eV a temperatura ambiente, posee un punto alto de fusión (Alrededor de 2000°C), una resistividad eléctrica del orden de 10^6 ohms/cm [7] y poca adsorción de agua, lo que hace que el óxido de zinc puro, o con otros óxidos como dopantes, sea un material de interés para la industria y se utilice en la elaboración de catalizadores, dispositivos eléctricos y electrónicos.

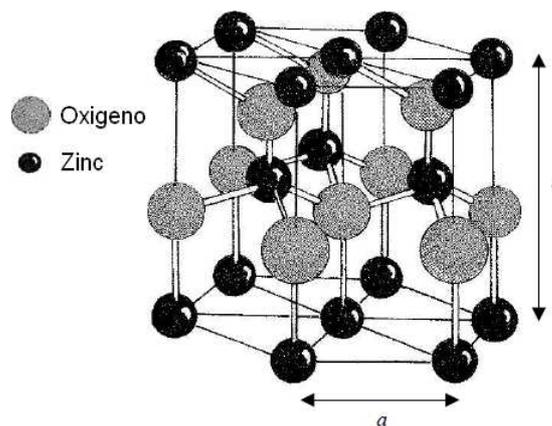


Figura 2.1 Estructura Cristalina del ZnO

Este material tiene una estructura tipo wurtzita según el modelo de empaquetamiento compacto (*Compact Packing o CP Model*) [8], el cual considera los átomos como esferas rígidas y de igual tamaño. En éste caso el tipo de apilamiento de las capas es Hexagonal Compacto (*Hexagonal Close Packing o HCP*) [9], las capas de empaquetamiento compacto son formadas por los aniones con carga negativa -Los oxígenos- y la totalidad de los intersticios tetraédricos de la estructura como se observa en la figura 2.4, también denominados sitios T+(Ápice arriba) y T-(Ápice Abajo) son ocupados por los cationes cargados positivamente -Los átomos de zinc-, mientras que los sitios mas grandes o sitios

octaédricos se encuentran vacíos, en donde cada átomo de zinc es rodeado por cuatro átomos de oxígeno formando un tetraedro. Estos tetraedros se unen preferiblemente por las esquinas ya que así la repulsión entre cationes es menor y la estabilidad de la estructura cristalina es mayor.

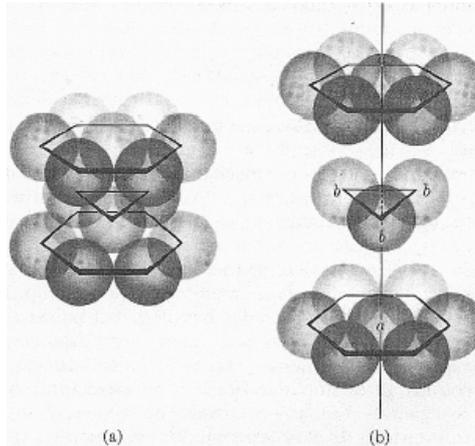


Figura 2.2 Esquema del Empaquetamiento Hexagonal Compacto de Esferas: (a) Vista normal, (b) Vista Ampliada.

La estructura tipo wurtzita presenta una relación de parámetros de red de $\frac{c}{a} = \sqrt{\frac{8}{3}} = 1.633$, teniendo en cuenta que al ocupar todos los sitios tetraédricos disponibles ($4T^+$ y $4T^-$), cada átomo de Zinc posee un número de coordinación $NC=4$ con lo cual al considerar un octavo de la celda unitaria se obtiene lo mostrado en la figura 2.3.

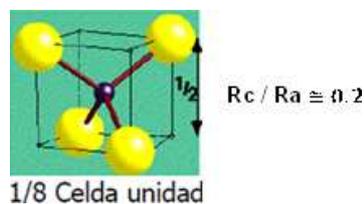


Figura 2.3 Relación de los radios entre el catión y el anión, para un octavo de celda unitaria, en una estructura tipo wurtzita.



Figura 2.4 Construcción de un sitio intersticial tetraédrico, en una estructura de empaquetamiento compacto.

2.2 PIEZOELECTRICIDAD

La piezoelectricidad (del griego *piezein*, ‘presionar’) es una propiedad descubierta por Pierre Curie y su hermano Jacques Curie en el cuarzo y en la sal de Rochelle en el año de 1880, que poseen ciertos cristales, para convertir energía eléctrica en energía mecánica (*Piezoelectricidad Directa*) y viceversa (*Piezoelectricidad Inversa*). Esta energía mecánica se puede propagar en un medio material en forma de vibraciones mecánicas o de ondas acústicas. Un modelo simplificado de un cristal piezoeléctrico, involucra el concepto de aniones(-) y cationes(+), que se mueven en direcciones opuestas debido principalmente a que dichos cristales no poseen un centro de simetría, razón por la cual adquieren una polarización en respuesta a una deformación del sólido cristalino, como resultado de la aplicación de una fuerza, presión, tensión o compresión sobre el sólido (*Stress*), produciendo una relación entre la polarización –que se hace finalmente medible mediante un voltaje eléctrico como consecuencia de deformaciones en la red del cristal iónico- y la fuerza o presión aplicada inicialmente [10]. El cristal reacciona con una fuerza mecánica interna (*Strain*), la cual tiende a retornar al sólido a su estado inicial o estado no deformado [11]. Lo anterior se observa en la figura 2.5.

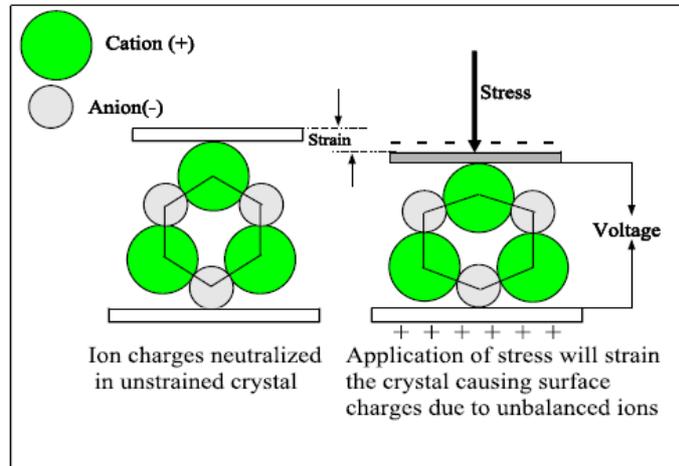


Figura 2.5 Piezoelectricidad en un cristal iónico.

La presión aplicada sobre el cristal (*Stress*) y la fuerza mecánica interna (*Strain*) se relacionan mediante la ley de Hooke en una dimensión observada en la siguiente ecuación:

$$\varepsilon = S\sigma \quad (2.0)$$

Donde ε es la deformación (*Strain*) y es adimensional, S es el coeficiente de conformidad elástica [$1 / \text{Pa}$] el cual relaciona la tensión, presión o fuerza aplicada, con la deformación producida en el cristal, donde $\frac{1}{S} = \text{modulo de Young}$, y σ es la fuerza por unidad de superficie aplicada sobre el sólido (*Stress*) [N / m^2].

La ecuación 2.0 puede ser escrita de la siguiente manera:

$$\sigma = c\varepsilon \quad (2.1)$$

Donde $c = 1 / S$ es una constante que equivale al Modulo de Young, también llamado coeficiente de rigidez elástica.

Cuando una diferencia de potencial es aplicada a través de un material dieléctrico, se genera un campo eléctrico \mathbf{E} [V / m] el cual se encarga de alinear los dipolos eléctricos del cristal (Figura 2.6), provocando una polarización del material $\mathbf{P} = N\mathbf{p}$, donde \mathbf{P} es la polarización y está dada en [C / m²], N es el número de dipolos por unidad de volumen [1 / m³] y \mathbf{p} es el momento dipolar eléctrico [C.m]. La polarización es proporcional al campo eléctrico aplicado como se muestra en la ecuación 2.2:

$$\mathbf{P} = \epsilon_0 \chi_0 \mathbf{E} \quad (2.2)$$

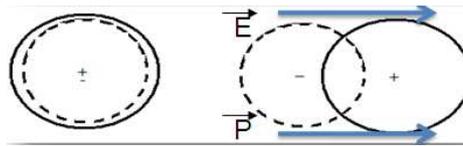


Figura 2.6 Polarización y Campo eléctrico en un dieléctrico.

Donde ϵ_0 es la permitividad eléctrica del vacío [F / m], χ_0 es la susceptibilidad eléctrica [adimensional]. El desplazamiento eléctrico \mathbf{D} se observa en la siguiente ecuación:

$$\mathbf{D} = \epsilon \mathbf{E} = \epsilon_0 \epsilon_r \mathbf{E} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \mathbf{E} = \epsilon_0 \mathbf{E} + \mathbf{P} \quad (2.3)$$

Donde \mathbf{D} es el desplazamiento eléctrico [C / m²], ϵ es la permitividad eléctrica del material, y ϵ_r es la permitividad relativa del material [adimensional] dada por $\frac{\epsilon}{\epsilon_0}$.

Los hermanos Curie demostraron que cargas eléctricas se producían cuando una presión era aplicada a un material piezoeléctrico, y que la densidad de carga en la superficie del material era proporcional a dicha presión aplicada. La siguiente

ecuación representa éste fenómeno y relaciona las propiedades mecánicas con las propiedades eléctricas de las ecuaciones 2.1 – 2.3. La polarización eléctrica debida a una deformación mecánica se conoce como efecto piezoelectrico directo y está dada por:

$$\mathbf{P}_p = d\sigma \quad (2.4)$$

Donde d es el coeficiente piezoelectrico de deformación [C / N]. El subíndice p indica que la polarización es el resultado del efecto piezoelectrico y no el resultado de un campo eléctrico externo aplicado sobre el cristal.

Los hermanos Curie también demostraron el efecto inverso, es decir, que la deformación en el cristal como resultado de la aplicación de una diferencia de potencial a través del material piezoelectrico es proporcional a la magnitud del campo eléctrico aplicado. Este efecto se conoce como efecto piezoelectrico inverso y está dado por la siguiente ecuación:

$$\epsilon_p = dE \quad (2.5)$$

Las ecuaciones 2.4 y 2.5 establecen que la razón o proporción entre la polarización resultante y la magnitud de de la presión aplicada (ecuación 2.5), es igual a la razón o proporción entre la deformación producida y la magnitud del campo eléctrico aplicado (Ecuación 2.6). El efecto piezoelectrico directo e inverso pueden ser escritos aplicando las ecuaciones (2.0) y (2.1) de la siguiente manera:

$$\mathbf{P}_p = d\sigma = dc\epsilon = e\epsilon \quad (2.6)$$

$$\sigma_p = c\epsilon_p = cdE = eE \quad (2.7)$$

donde e es la constante de estrés piezoeléctrico [C/m²] y $e = dc$.

Otro parámetro crítico en la piezoelectricidad es el coeficiente de acople electromecánico k . Ese coeficiente indica la medida de cuánta energía eléctrica es convertida en energía mecánica (Efecto Piezoeléctrico inverso) y cuánta energía mecánica es convertida en energía eléctrica (Efecto Piezoeléctrico directo).

Este coeficiente está definido como:

$$k^2 = \frac{k_e^2}{1+k_e^2} \quad (2.8)$$

Donde:

$$K_e^2 = \frac{e_{33}^2}{c_{33} e_{33}} \quad (2.9)$$

Donde e_{33} es el coeficiente de estrés piezoeléctrico y c_{33} es el coeficiente de rigidez elástica o módulo de Young, ambos en la dirección <001> o dirección c del cristal piezoeléctrico [12].

La siguiente tabla muestra el valor de k de algunos materiales piezoeléctricos.

Material	Coupling coefficient (k)
Quartz	0.1
AlN	0.24
ZnO	0.33
PZT	0.69

Tabla 2.1 Coeficiente de acople electromecánico, de varios materiales piezoeléctricos.

Un cristal piezoeléctrico colocado en un campo eléctrico variable, puede reaccionar de forma variable en armonía con el campo. En particular, si éste es colocado entre dos placas metálicas conectadas a un generador de corriente alterna (el cual produce un voltaje variable de acuerdo a una onda sinusoidal) el cristal deberá responder con un movimiento oscilante que intentará simular dicho voltaje oscilante.

Conectado a una fuente de corriente alterna, dicho cristal se comporta de la misma forma que una resistencia, un inductor y un capacitor conectados en serie a la fuente, como se observa en la figura 2.7.

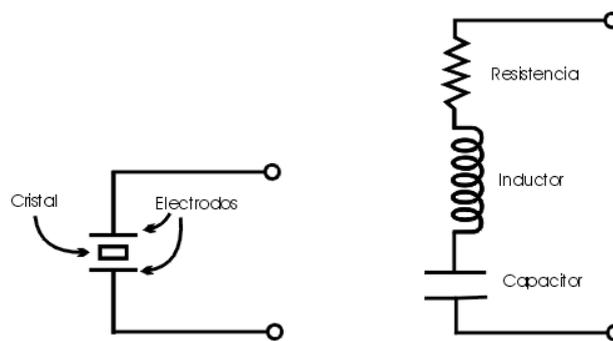


Figura 2.7 Símbolo de un cristal piezoeléctrico y circuito equivalente

El circuito equivalente descrito posee una frecuencia característica de voltaje alterno, llamada frecuencia de resonancia o natural, en la cual los efectos del inductor y del capacitor sobre la corriente son nulos. En este circuito serie, a esa frecuencia, la corriente que circula es máxima.

Esta frecuencia es característica de cada cristal, y depende su composición, estructura cristalina, geometría y temperatura del cristal [13].

2.3 PIEZOELECTRICIDAD EN PELICULAS DELGADAS DE (ZnO)

Las películas delgadas de óxido de zinc, han sido acogidas con mucho interés, debido a su versatilidad y potencial aplicación como dispositivos microelectromecánicos (*MEMS*). Este material puede ser depositado usando varios métodos entre los que se encuentra la técnica de Magnetron Sputtering RF, la cual ofrece ventajas en el crecimiento de estas películas, ya que se puede hacer una deposición del ZnO a bajas temperaturas (Solo con plasma, generando un bajo consumo de energía al no tener que utilizar un horno), con una orientación preferencial y con propiedades uniformes.

Las propiedades físicas de las películas delgadas de óxido de zinc (ZnO), crecidas mediante la técnica ya mencionada, dependen de los parámetros de crecimiento tales como potencia RF, presión, temperatura del sustrato y atmósfera de gas, ya que mediante el análisis de éstos parámetros, se hace posible examinar los efectos que tienen los anteriores en la orientación y en la cristalinidad de las películas [14]. Además de los parámetros de crecimiento es primordial la elaboración del blanco de Óxido de Zinc (ZnO), a partir de ZnO en polvo con alta pureza, considerando el proceso de macerado y sinterizado del Óxido de Zinc en verde, ya que una propiedad que debe cumplir el blanco a utilizar es su alta resistencia eléctrica, para garantizar la obtención de películas delgadas con resistencia eléctrica del mismo orden o superior a la del blanco y crecimiento en una orientación preferencial, de manera que la polarización eléctrica en el cristal como consecuencia de una presión ejercida sobre el mismo, genere corrientes pequeñas del orden de micro-amperios (μA) o menores, que sean amplificadas debido a la alta resistencia eléctrica del material piezoeléctrico activo crecido en película delgada, generando una señal de voltaje AC con una amplitud que sea medible.

CAPÍTULO 3. DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA VARIADOR DE FRECUENCIA PARA CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS PIEZOELÉCTRICAS (FSS)

3.1 GENERALIDADES DEL FSS

El estudio, caracterización y análisis de propiedades piezoeléctricas en películas delgadas de materiales con centro de simetría no definido, son de gran importancia para el desarrollo de innovadoras aplicaciones tecnológicas. En este capítulo se presenta el diseño e implementación de un sistema variador de frecuencia que permite caracterizar propiedades de materiales piezoeléctricos en forma de película delgada. El sistema suministrará voltajes con frecuencias deseadas en el rango del ultrasonido bajo, de modo que las propiedades piezoeléctricas no se afecten, cambiando la estructura cristalina. El sistema hace uso de un microcontrolador, una ley de control que permite realizar variaciones de frecuencia entre (0 y 10KHz) y otros elementos activos que completan la bucla típica de control, generando una solución específica al reto de caracterización antes mencionado. Para la etapa de diseño y simulación del sistema propuesto, se hace uso de la herramienta computacional ISIS 7.5 y matlab 7.0 para la etapa de diseño y simulación del controlador, que esté acorde con el proceso a controlar, para su respectiva implementación.

El sistema variador de frecuencia (Frequency Selector System FSS), para caracterización de películas delgadas piezoeléctricas consta de un controlador PI digital implementado en un microcontrolador, un conversor digital-análogo, un oscilador controlado por voltaje (Voltage Controlled Oscillator VCO), un sistema conversor de frecuencia a voltaje, un emisor de sonido a la frecuencia seleccionada y una etapa de amplificación, lo que permite tener control de la frecuencia y de la amplitud en la señal de salida en un rango de 0-10KHz y

3.4 - 40 voltios respectivamente, considerando corrientes del orden de miliamperios (mA), y potencia del orden de milivatios (mW).

3.2 ETAPAS DE DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DEL FSS

Las etapas de diseño del FSS que componen la bucla típica del sistema, fueron simuladas utilizando la herramienta computacional para simulación de circuitos electrónicos ISIS 7.5. En la etapa de diseño y simulación del comportamiento del controlador elegido se utilizó la herramienta computacional Matlab 7.0, mientras que en la etapa de implementación del controlador en el microcontrolador se utilizó el software con lenguaje de programación en C Mplab Ide v.8.00, y en la etapa de manejo del FSS se utilizó comunicación serial con Labview 8.0 y manual con un dial.

Para la etapa de verificación del funcionamiento del FSS, extracción y manejo de datos experimentales se utilizó el programa Origin Pro 7.0, además en la etapa de tabulación de datos experimentales se utilizó el programa Microsoft Excel 2007, articulando seis softwares para el diseño, implementación y verificación del funcionamiento del sistema variador de frecuencia FSS.

3.2.1 BUCLA TÍPICA DEL SISTEMA

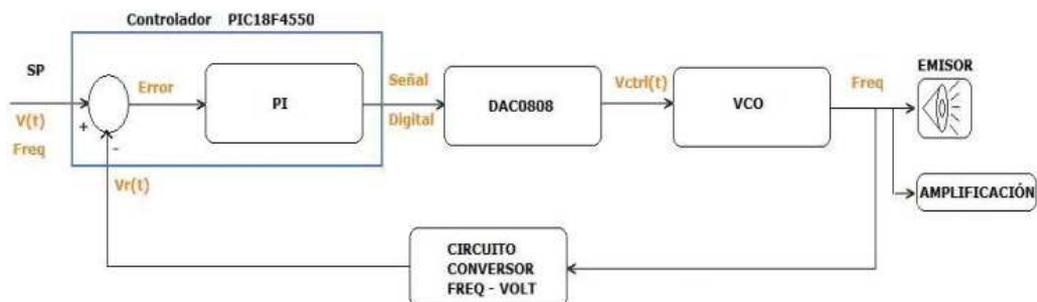


Figura 3.1 Bucla Típica de Control que describe el sistema propuesto

En la figura 3.1 se muestran los elementos físicos que componen el sistema de control propuesto, así como las variables involucradas en el proceso, mediante la bucla típica de control, donde tanto la señal de frecuencia emitida con 3.40 voltios en amplitud fija a la salida del VCO, como la señal de salida amplificada (Hasta 40 Voltios), son corroboradas mediante la conexión del FSS a un osciloscopio LeCroy 9310 CM.

3.2.2 PLANTA

La planta seleccionada para el desarrollo inicial del FSS consiste en un oscilador en configuración VCO (oscilador controlado por voltaje) que acepta voltajes en su pin de control entre 0 y 5 voltios, en donde los capacitores C11, C22, C33 y C44 dan la posibilidad de tener el rango de frecuencias entre 0 y 10KHz [15] como se muestra en la Figura 3.2.

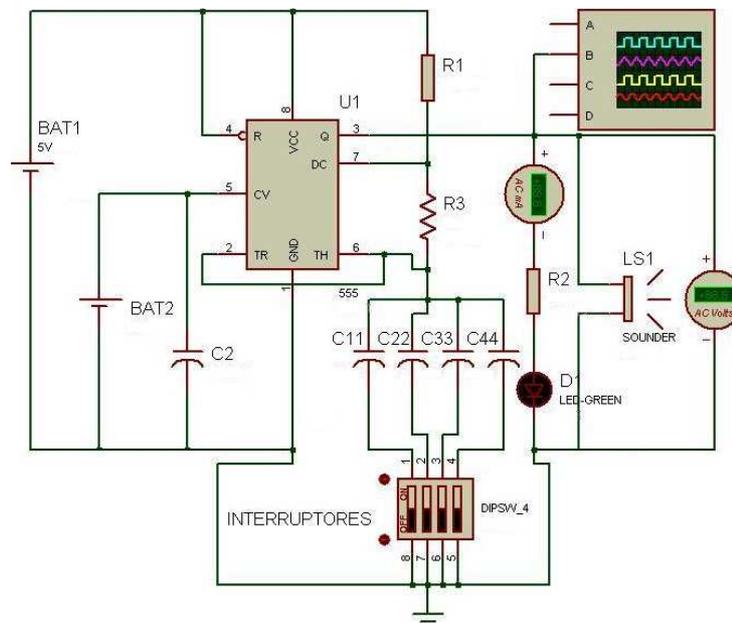


Figura 3.2 Oscilador Controlado por Voltaje (VCO)

3.2.3 DISPOSITIVO CONVERSOR DE FRECUENCIA A VOLTAJE DC PARA REALIMENTACIÓN

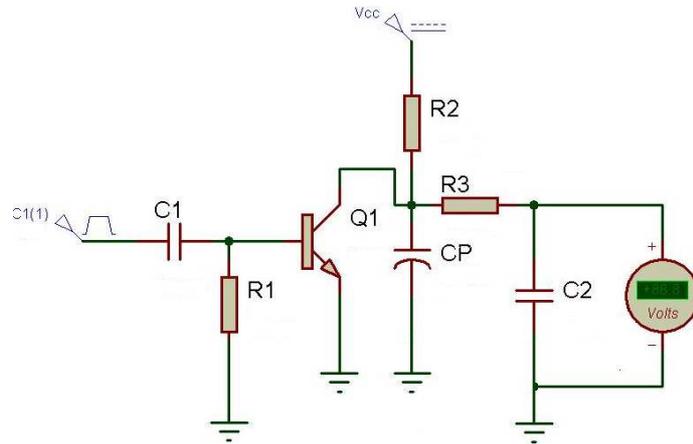


Figura 3.3 Circuito Conversor de Frecuencia a Voltaje DC.

En la figura 3.3 se muestra el dispositivo conversor de frecuencia a voltaje dc. El circuito consta de un filtro pasa-banda con el cual se selecciona el rango de frecuencias a convertir, y un transistor en modo corte-saturación, en el que mediante el capacitor CP se varía la impedancia y por lo tanto el voltaje entre R2 y CP dependiendo de la capacitancia y de la frecuencia que sale del VCO. Con el resistor R2 se establece el valor máximo de voltaje con el que se quiere contar en la conversión, respecto al voltaje de la fuente Vcc que es de 5 voltios, haciendo la lectura de voltaje equivalente a la frecuencia de entrada, sobre el capacitor C2. El rango de voltajes dc que ofrece el dispositivo esta entre 0.074V y 4.059V.

3.2.4 DISEÑO DEL CONTROLADOR

El controlador seleccionado para el FSS es un controlador PI digital puesto que al adicionar la parte integral a la parte proporcional, se disminuye el sobrepaso del sistema evitando una posible saturación en el actuador seleccionado

(Digital – Analog Conversor DAC 0808) así se aumente el tiempo de estabilización, sin embargo, se garantiza la estabilidad del sistema. Las ecuaciones que describen el controlador en t, s y z quedan definidas por las ecuaciones $C_{PI}(t)$, $C_{PI}(s)$, $C_{PI}(z)$ respectivamente:

$$C_{PI}(t) = K_P e(t) + K_I \sum_{i=1}^n e(t) \quad (3.1)$$

$$C_{PI}(s) = K_P E(s) + K_I [E(s) / s] \quad (3.2)$$

$$C_{PI}(z) = K_P E(z) + E(z) K_I / 1 - z^{-1} \quad (3.3)$$

Donde K_p es la constante proporcional, K_I es la constante integral, $e(t)$ la señal de error en t, $E(s)$ la señal de error en s y $E(z)$ la señal de error en z.

Se observa de las ecuaciones 1, 2 y 3, que la parte integral del controlador inicia como una sumatoria en t, lo cual posee un comportamiento equivalente a una integral en s y a un retenedor de orden cero ROC en z, para periodos de tiempo T pequeños, algo común en sistemas de tiempo discreto. Lo anterior se observa en la ecuación 3.4:

$$G_{roc} = \frac{1 - e^{-Ts}}{s} = \frac{1}{1 - z} \quad (3.4)$$

Lo cual corrobora el hecho de que un circuito integrador actúa y en respuesta puede ser aproximado al comportamiento de un retenedor de orden cero (ROC) [16].

3.2.5 IMPLEMENTACIÓN DEL CONTROLADOR

El controlador PI fue programado usando lenguaje C en Mplab Ide v.8.00 y el compilador CCS, implementado en un microcontrolador PIC18F4550 de microchip y simulado en ISIS 7.5.

Para la manipulación del FSS se realizó la interfaz con Labview 8.0 via serial RS-232, y la posibilidad de manipulación manual con un dial. Lo anterior se ilustra en las figuras 3.4a, 3.4b y 3.5 respectivamente:

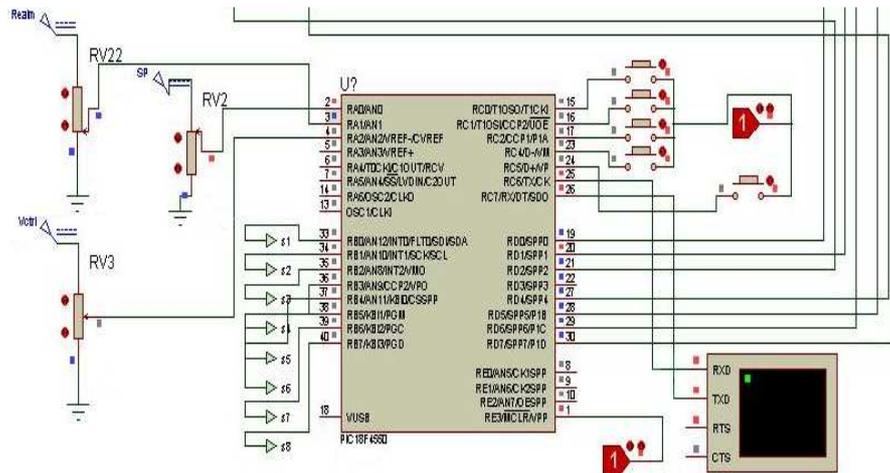


Figura 3.4a Simulación de Control PI implementado.

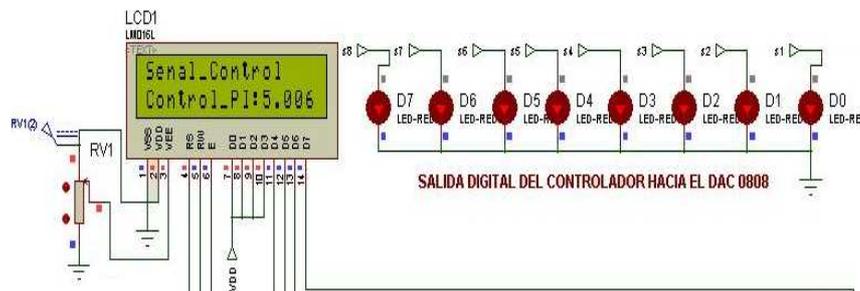


Figura 3.4b. Despliegue en LCD de la señal de control.



Figura 3.5 Interfáz en Labview

CAPÍTULO 4. CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA

4.1 MÉTODO DE VAN DER PAUW

En la industria de los semiconductores la técnica generalmente más usada para medir la resistividad es la técnica de cuatro puntas. Este método es normalmente no destructivo, sin embargo, los puntos de prueba pueden dañar ciertos materiales semiconductores cuando la presión de prueba es excesiva. La geometría usual es colocar los puntos de prueba en una línea con igual espaciado. La corriente debe pasar a través de las dos puntas exteriores y el potencial se debe medir en las otras dos puntas.

Este método permite determinar la resistividad específica de una muestra plana de forma arbitraria, mientras las siguientes condiciones sean satisfechas [17]:

- a) Los contactos deben estar en el perímetro de la muestra.
- b) Los contactos deben ser lo suficientemente pequeños.
- c) La muestra debe ser homogénea en espesor.
- d) La superficie de la muestra está conectada singularmente, es decir, la muestra no debe tener huecos.

4.2 CURVAS CORRIENTE –VOLTAJE

Una curva I-V es un argumento cartesiano de la tensión a través de un resistor representan gráficamente en función de la corriente que fluye a través de esa resistencia. Típicamente, la tensión es graficada en el eje "x" y la corriente en el eje "y". La curva I / V no es más que una grafica de la ecuación $V = IR$ (Ley de Ohm), donde V = voltaje, I = corriente y R =resistencia.

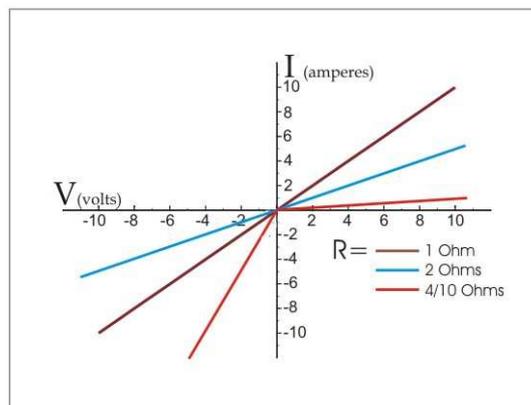


Figura 4.1 Curva I-V típica para dos resistencias óhmicas (Azul y Café). La línea roja es la respuesta I-V de un resistor rectificador.

El esquema general utilizado (Ver figura 4.2) obedece al método de cuatro puntas también llamado método de van der pauw, en el cual a través de dos electrodos de indio (In) se hace circular la corriente y por los otros dos electrodos se procede a medir el voltaje.

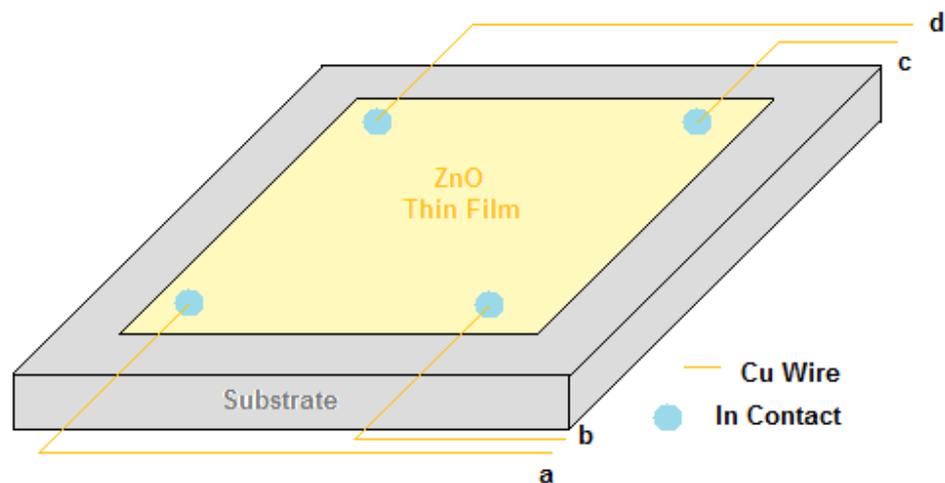


Figura 4.2 Esquema de las cuatro puntas usado para la caracterización Corriente-Voltaje de películas delgadas de ZnO.

4.3 CURVAS RESISTENCIA – TEMPERATURA

La caracterización resistencia temperatura consiste en obtener curvas de resistividad en función de la temperatura, el sistema que permite realizar esto es capaz de controlar la temperatura desde -253°C a 150°C , y a través del método de las cuatro puntas obtener las medidas de resistividad.

El método de las cuatro puntas en esta caracterización es usado para conectar películas delgadas de Óxido de Zinc a la fuente de corriente y el nano voltímetro de tal manera que permita registrar los valores de resistencia eléctrica.



Figura 4.3 Horno calefactor del criostato (izq.), criostato de circuito cerrado de Helio (der).

El sistema en el cual es depositada la muestra se muestra en la figura 4.3. Para aumentar la temperatura, se utiliza un horno calefactor el cual posee un enrollamiento de manganina de 25Ω y además, se dispone de un criostato en circuito cerrado de helio que permite bajar la temperatura de manera más eficiente que por inercia térmica, alcanzando temperaturas de hasta 20°K , el sensor de temperatura es un diodo de silicio DT470, y tanto éste como el cable se encuentran conectados al controlador de temperatura Lakeshore 330.

La temperatura de todo el sistema es controlada con una precisión del orden de los mili kelvin y esta ventaja de controlar la temperatura con ese grado de eficiencia fue usada para la obtención de curvas corriente voltaje para películas delgadas de ZnO a diferentes temperaturas. La fuente de corriente y el nanovoltmetro están interfazados con el PC a través de una tarjeta de adquisición de datos GPIB y el protocolo ANSI/IEEE.

4.4 ADQUISICIÓN AUTOMÁTICA DE DATOS

4.4.1 DESCRIPCIÓN DEL BUS GPIB

GPIB es un estándar de conexión que permite la comunicación de un ordenador con instrumentos electrónicos de medida, como pueden ser generadores de funciones, osciloscopios, etc. Las siglas corresponden a General Purpose Interface Bus, pero a pesar de este nombre, fue diseñado específicamente para la conexión de instrumentos de medida. Fue creado en 1965 por la compañía Hewlett-Packard, que lo denominó originalmente HP-IB, y se popularizó con rapidez, debido a sus altas tasas de transferencia de datos (8 Mbytes/s). Para evitar la dispersión de características, los principales fabricantes acordaron la estandarización del GPIB en 1975 (IEEE 488.1), centrándose en las características eléctricas y mecánicas del bus. Una segunda estandarización (IEEE 488.2 de 1987) delimitó de forma más concreta la programación del GPIB, definiendo comandos de aparatos, formato de mensajes y estado de los instrumentos. El siguiente paso de importancia fue la adopción del formato de comandos SCPI, que estructura las órdenes a los aparatos de forma coherente, permitiendo (hasta cierto punto), la sustitución de instrumentos de distintos fabricantes con mínimos cambios [18].

4.4.2 ESTRUCTURA DE UN SISTEMA GPIB

Un sistema GPIB consiste en una serie de instrumentos de medida conectados a un bus, y controlados, normalmente, por un PC dotado de una tarjeta GPIB. Existe bastante libertad en la configuración topológica del bus, que, en general, es una combinación de disposiciones lineales y en estrella, como se muestra en la figura 4.4.

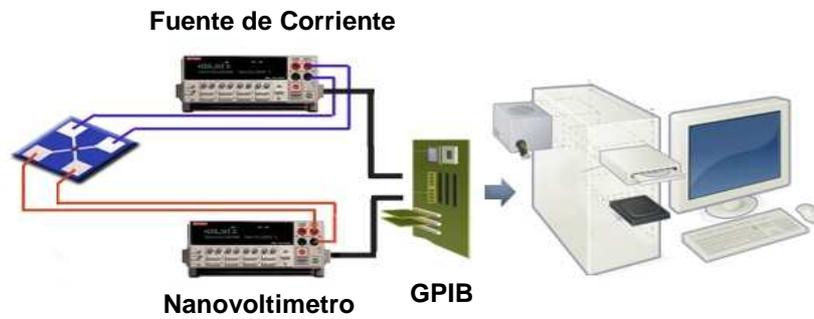


Figura 4.4. Ejemplo de configuración de un sistema GPIB.

El dispositivo controlador (normalmente un PC dotado de una tarjeta GPIB) gestiona el flujo de datos y comandos a los diferentes elementos del sistema [19].

En la aplicación, se encuentran interfazados al computador los siguientes dispositivos:

- Fuente de corriente Keithley 2400.
- Nanovoltímetro Keithley 182.
- Controlador de Temperatura Lakeshore 330.

En la figura 3.10 se puede observar los instrumentos de medición con los cuales se realiza la caracterización eléctrica corriente voltaje y resistencia temperatura, presentes en el laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca.



Figura 4.5. Sistema de caracterización y adquisición de datos del laboratorio de Física de Bajas Temperaturas Edgar Holguín.

4.4.3 SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS

El sistema de adquisición automática de datos que se encuentra en el laboratorio de Física de Bajas Temperaturas Edgar Holguín está compuesto por un sistema formado por un conjunto de equipos con interface GPIB, todos comunicados al computador mediante una tarjeta GPIB de la National Instruments. Los programas utilizados para introducir los datos automáticamente al computador están desarrollados en lenguaje Labview 8.0.

El sistema actual posee una mayor velocidad de procesamiento, menor tiempo de muestreo y más compatibilidad con equipos recientes. Además la interfaz de usuario es amigable con programas óptimos para un mejor desempeño del sistema.

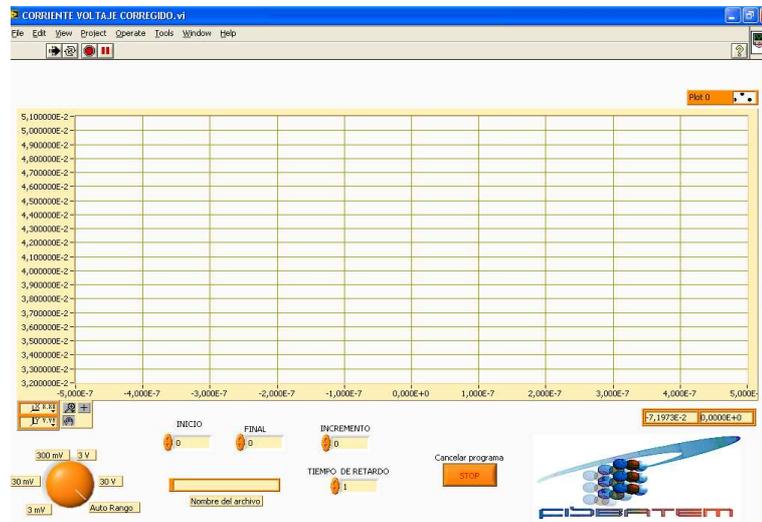


Figura 4.6. Software en Labview 8.0 para la adquisición automática de datos para medidas corriente voltaje del laboratorio de Física de Bajas Temperaturas Edgar Holguín de la Universidad del Cauca.

Es importante mencionar que en el proceso de medición de parámetros eléctricos para las películas delgadas de Oxido de Zinc (ZnO), a pesar de contar con equipos sofisticados y de alto desempeño, como la fuente de corriente Keithley 2400, la cual posee gran versatilidad al tener diversas funciones de trabajo, con un rango de medición de resistencia entre 20Ω hasta $200M\Omega$ y con posibilidad de suplir corrientes desde $1nA$ hasta $1A$, el rango que permitió el sistema para hacer medidas de resistencia en función de la temperatura fue de $320K$ hasta $380K$, ya

que a menor temperatura la resistencia de las películas delgadas de ZnO es mayor a 200MΩ lo que sobrepasa el límite de medida de la fuente.

Las medidas de voltaje en función de la corriente aplicada a las películas delgadas de ZnO se realizaron dentro del mismo rango de temperatura, considerando un inicio en 0nA con incremento de 5nA, hasta 300nA, corriente a la cual se satura el sistema debido a la alta resistencia de las películas delgadas, y un tiempo de retardo en la toma de datos de 3 segundos.

CAPÍTULO 5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1 ELABORACIÓN DEL BLANCO DE (ZnO)

Durante el proceso de diseño y sinterización del blanco (*Target*) de Óxido de Zinc, se siguieron los pasos descritos a continuación de manera secuencial:

- 1) Verificando que la balanza estuviese calibrada, se pesaron 20.1008g de ZnO en polvo con una pureza de 99.9%, de la empresa *Aldrich Chemical CO. Inc*, utilizando una balanza analítica *Adventurer*  *OHAUS*, como la observada en la figura 5.1, según la tabla 5.1.

No. Muestra	Gramos(g)	Tiempo de Macerado (min)
1	5.0344	20
2	5.0085	20
3	5.0301	20
4	5.0278	20

Tabla 5.1 Proceso de pesaje y macerado del ZnO en polvo.



Figura 5.1 Óxido de Zinc y Balanza Analítica Adventurer Ohaus.

- 2) Cada una de las cuatro muestras fue pesada y macerada por un tiempo de 20 minutos respectivamente.
- 3) Se reunieron los 20.1008g de ZnO con una pureza de 99.9% en polvo, macerados, y se prensaron a 8 toneladas durante 20 minutos utilizando la prensa *Carver Model 4350.L. Made in USA Wabash Indiana*, mostrada en la figura 5.2, y un troquel con diámetro de 6.15cm mostrado en la figura 5.3.



Figura 5.2 Prensa Carver Model 4350.L Pellet Press Equipment with 12-Ton Clamping Force.



Figura 5.3 Troquel utilizado en la elaboración del blanco de ZnO.

- 4) Se retiró la presión suavemente bajando desde 8 toneladas hasta 0 toneladas en aproximadamente 3 minutos.
- 5) Se maceró nuevamente el ZnO en verde durante 5 minutos hasta dejar uniforme.
- 6) Se preno de nuevo el polvo a 8 toneladas durante 20 minutos
- 7) Se retiró la presión suavemente bajando desde 8 toneladas hasta 0 toneladas en aproximadamente 3 minutos.
- 8) Se retiró suavemente el cuerpo en verde de ZnO del troquel y se sinterizó en atmosfera de aire, según la rampa mostrada en la figura 5.4, en la cual se sube desde 20°C a 4°C/min hasta 900°C; se mantuvo a 900°C durante 8 horas y bajó suavemente hasta 30°C. El blanco sinterizado que se muestra en la figura 5.4 fue retirado al día siguiente.

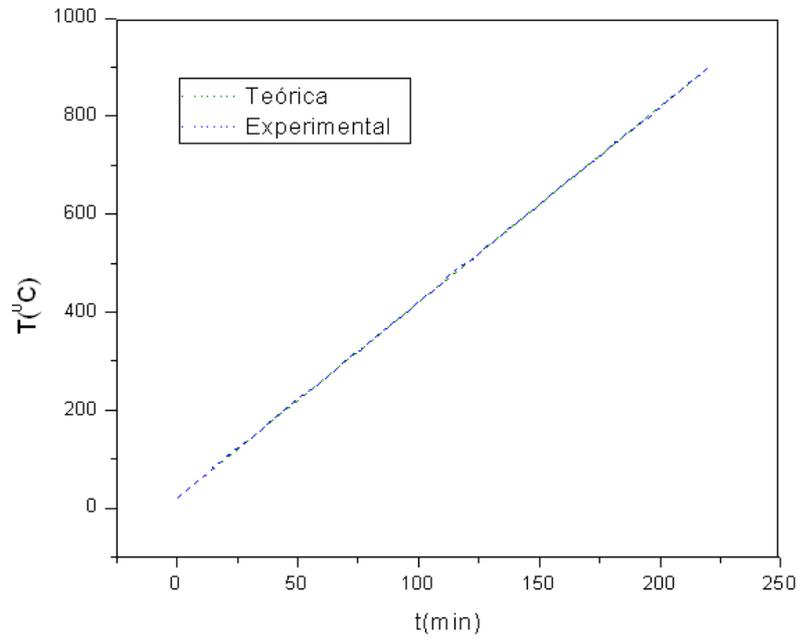


Figura 5.4 Rampa de subida teórica y experimental para sinterización de target de ZnO en atmosfera de aire.

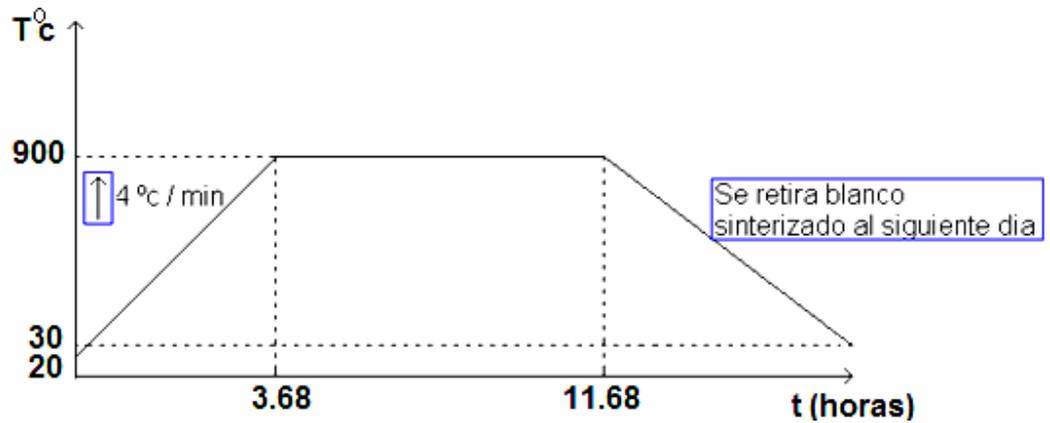


Figura 5.5 Rampa total de sinterización de target de ZnO en atmosfera de aire.

- 9) Se midió la resistencia en el blanco de ZnO sinterizado en atmósfera de aire observado en la figura 5.6 con el multímetro digital *Fluke 11* mostrado en la figura 5.7, arrojando valores del orden de MegaOhms [$M\Omega$] en particular de $1.6M\Omega$, lo cual cumple con el objetivo principal de sinterización del blanco: obtener una alta resistencia eléctrica en el target de Óxido de Zinc.



Figura 5.6 Blanco de Óxido de Zinc Sinterizado en Atmósfera de Aire.



Figura 5.6 Multímetro Digital Fluke 11.

5.2 ADECUACIÓN DEL SISTEMA MAGNETRÓN SPUTTERING RF 13.56 MHz

Habiendo fabricado el blanco de ZnO mediante el proceso seguido en la sección 5.1 y habiendo corroborado su alta resistencia eléctrica, se procedió a realizar la limpieza de la cámara y adecuación respectiva del sistema magnetrón sputtering RF de 13.56 MHz, *BAE 250*, presente en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca.

Se prestó especial atención al sistema sintonizador de radiofrecuencia del equipo, ya que del capítulo 1 se sabe que al bombardear el blanco con un gas (En éste caso Argón Ar) se genera plasma, y se desprenden átomos y por ende electrones del target. Estos electrones son confinados en una región determinada, debido a la presencia del magnetrón, generando una corriente parásita que debe ser evacuada, de tal manera que al sintonizar el sistema de radiofrecuencia el cual consta de un capacitor variable y una bobina, éste tenga una impedancia total de 60Ω . Al recibir el equipo éste no trabajaba de manera adecuada ya que al intentar encender el plasma utilizando el blanco de Óxido de Zinc y Argón, la potencia reflejada en la fuente de radiofrecuencia RFX – 600A mostrada en la figura 5.7, era igual a la potencia emitida y por especificación de uso del equipo, el límite máximo de la fuente emisora de radiofrecuencia debe ser máximo de hasta un 10% del valor de la potencia emitida, por lo cual hasta ese momento el objetivo de crecer películas delgadas de ZnO no era posible. Es importante mencionar que el sistema magnetrón sputtering RF de 13.56MHz *BAE 250* es un equipo que posee un desgaste considerable al tener aproximadamente 25 años de llegado al departamento de física, situación que evidencia una alta deriva del sistema sintonizador.



Figura 5.7 Sintonizador de Radio Frecuencia ATX-600 y Fuente Emisora de Radio Frecuencia RFX – 600A

Después de hacer el análisis anterior se concluyó que la deriva del sistema sintonizador del equipo (Bobina y Capacitor Variable), era tan grande que ya no permitía obtener una impedancia de 60Ω , la cual admitiera evacuar la corriente parásita dentro de la cámara y evitar de ésta manera que toda la potencia fuese reflejada sobre la fuente emisora de radiofrecuencia.

La solución planteada fue hacer un divisor de tensión en el cual se introdujera un elemento que lograra aportar en impedancia total del sistema (Elemento con Muy baja impedancia para que la corriente parásita encontrase la menor resistencia posible para fluir), que no cambiara su impedancia ante cambios de frecuencia, y que además cumpliera con la función de evacuar a tierra la corriente parásita que estaba siendo reflejada en su totalidad hacia la fuente de radiofrecuencia, de tal manera que si dicha corriente es muy alta, éste elemento esté en capacidad de soportarla y evitar un daño en la fuente.

5.2.1 DISEÑO PROPUESTO

El diseño propuesto a continuación (En el recuadro verde) fue implementado en el sistema magnetrón sputtering *BAE 250* con muy buenos resultados, de tal manera que al manipular el sistema sintonizador ATX-600, se reflejan 0W sobre la fuente emisora de radiofrecuencia, y además permanece el plasma encendido hasta con 1W emitido por la fuente RFX-600A, logrando a una presión en la cámara de 10mtorr=1.33mbar bombardeando con argón el blanco de ZnO, y a una potencia emitida de 100W, reflejar 2W sobre la fuente de radiofrecuencia.

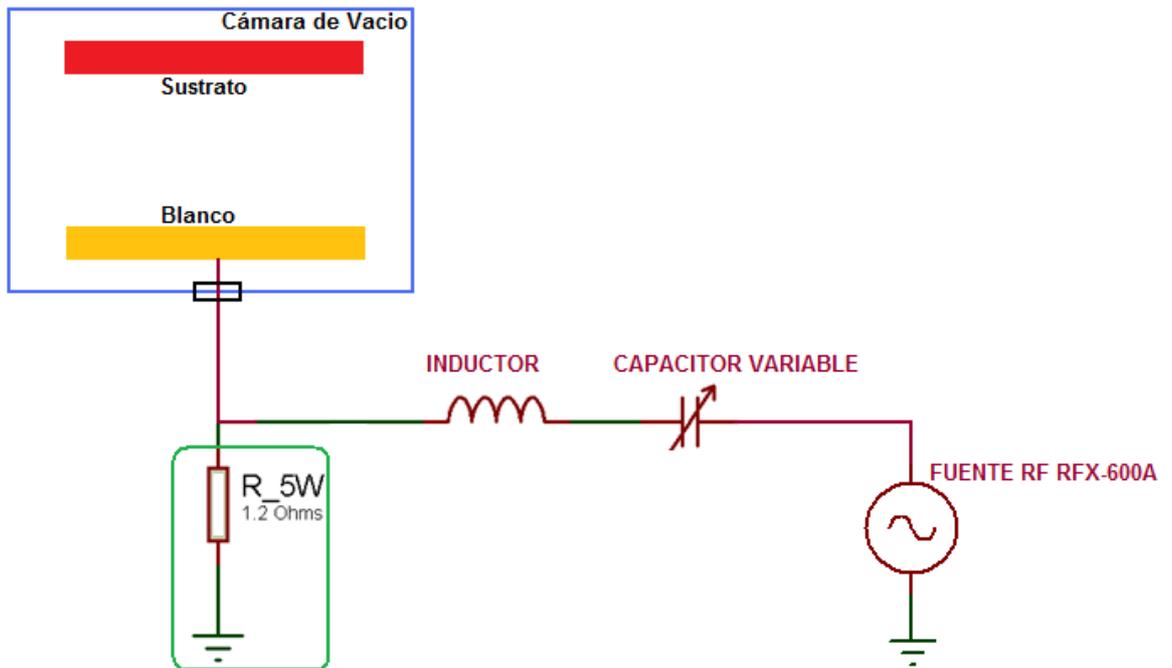


Figura 5.8 Diseño propuesto para el funcionamiento óptimo del sistema de sintonización, para el equipo BAE 250 del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca.

5.2.2 DISEÑO IMPLEMENTADO

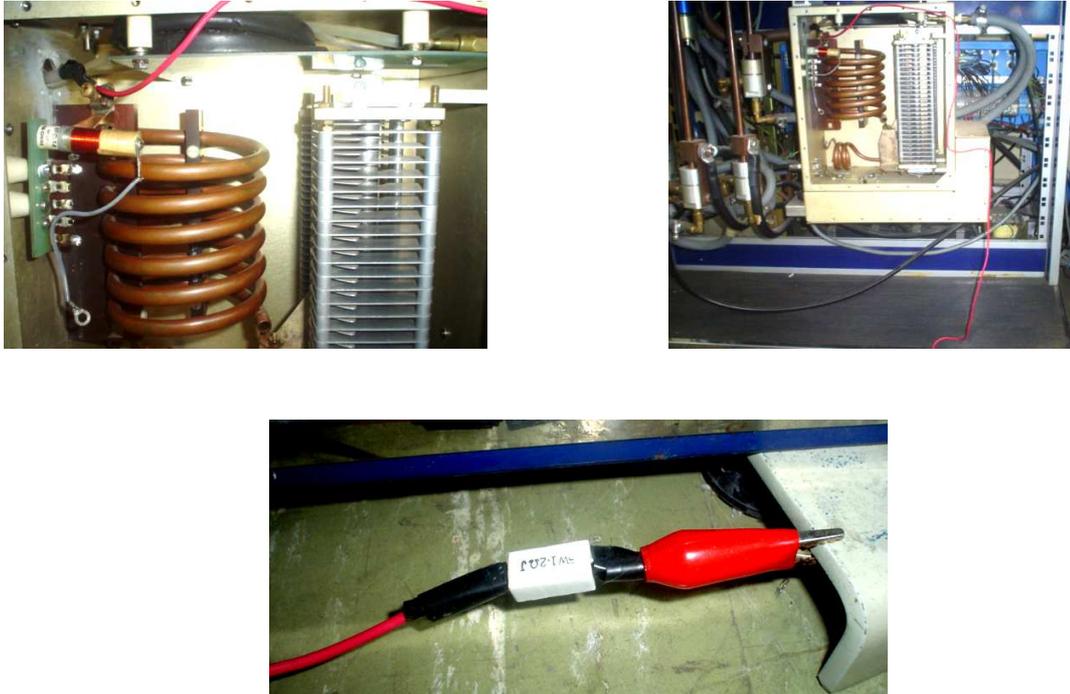


Figura 5.9 Diseño implementado para el funcionamiento óptimo del sistema de sintonización, para el equipo BAE 250 del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca.

Como se observa en el diseño propuesto, la solución planteada e implementada es una resistencia de potencia de 1.2Ω con una capacidad para soportar hasta $5W$ es decir que la corriente máxima teórica que puede fluir a través de ésta será:

$$P = I^2 R \quad (5.1)$$

$$I = \sqrt{\frac{P}{R}} = \sqrt{\frac{5W}{1.2\Omega}} = 2.041A \quad (5.2)$$

Además en el diseño implementado es necesario considerar la resistencia que aporta el cable que es de 0.5Ω , con lo cual la potencia máxima que puede soportar el cable es de:

$$P = I^2R = 15^2 * 0.5\Omega = 112.5W \quad (5.3)$$

Considerando que el cable utilizado es tipo TW 14AWG con capacidad para soportar una corriente máxima de hasta 15 amperios, un rango de temperatura entre -10°c hasta 75°c , y un encapsulado aislante con un espesor de 0.6mm capaz de soportar hasta 600V, con lo cual se puede apreciar que en el diseño se deja un amplio rango de holgura en cuanto a la corriente que soportan tanto el cable como la resistencia, encargados de evacuar la corriente parásita de la cámara y por ende para proteger la fuente de radiofrecuencia, además de permitir manipular el equipo de una manera más óptima, ya que con la resistencia y el cable se aumenta un poco la impedancia del sistema para que la señal enviada llegue a la cámara y no se desvíe hacia la tierra para encender el plasma, pero no es una impedancia tan grande que pueda obstaculizar el paso de corriente parásita que debe ser evacuada, y que pudiese llegar como potencia reflejada a la fuente RFX 600A. Lo anterior genera una solución específica a un problema puntual.

5.3 DATOS EXPERIMENTALES DE FUNCIONAMIENTO DEL FSS

Se hizo prueba de desempeño mediante toma de datos experimentales de voltajes (Set-points desde 0 hasta 5V con un incremento de 0.1V), frecuencias y voltajes de realimentación respectivos en el variador de frecuencia, para la caracterización y puesta a punto del dispositivo. Esto se hizo para cada interruptor mediante la tabulación de datos en Microsoft Excel 2007, para su posterior análisis utilizando el software Origin Pro 7.0.

Switch	V_{sp} (Volts)	Frecuencia (Hz)	V_{realm} (Volts)
4up	[0.00-3.01]	[61.22-194.75]	[4.06-2.66]
4down	[3.10-4.99]	[194.56-114.03]	[2.67-3.29]
3up	[0.00-3.10]	[242.25-791.22]	[2.39-1.06]
3down	[3.20-4.99]	[780.14-456.76]	[1.08-1.59]

Tabla 5.2 Variación de $V_{set-point}$, Frecuencia en Hz y $V_{realimentación}$ en el FSS.

Switch	V_{sp} (Volts)	Frecuencia (KHz)	V_{realm} (Volts)
2up	[0.00-3.11]	[0.5526-1.7313]	[1.41-0.54]
2down	[3.20-4.99]	[1.7115-1.0533]	[0.55-0.83]
1up	[0.00-3.10]	[4.9114-13.837]	[0.21-0.07]
1down	[3.20-4.99]	[13.715-9.4369]	[0.08-0.10]

Tabla 5.3 Variación de $V_{set-point}$, Frecuencia en KHz y $V_{realimentación}$ en el FSS.

5.3.1 ECUACIONES QUE RÍGEN LA DINÁMICA DEL SISTEMA

Mediante la toma de datos que evidencian el desempeño del sistema se realizó el respectivo análisis, para extraer las ecuaciones que relacionan V_{sp} en voltios con la frecuencia en Hz (Interruptores 4 y 3) y en KHz (Interruptores 2 y 1), y las

ecuaciones que relacionan la frecuencia con V_{realm} en voltios. Se hizo para los cuatro interruptores tanto de subida como de bajada obteniendo los siguientes resultados:

- *Interruptor 4up (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Aumenta)*

$$\text{Freq} = 7.99439V_{\text{sp}}^2 + 22.2699V_{\text{sp}} + 61.19638 \quad (5.4)$$

$$V_{\text{realm}} = 3.38444 \times 10^{-5} \text{Freq}^2 - 0.01909 \text{Freq} + 5.11124 \quad (5.5)$$

- *Interruptor 4down (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Disminuye)*

$$\text{Freq} = 7.01518 V_{\text{sp}}^2 - 100.20921V_{\text{sp}} + 439.98783 \quad (5.6)$$

$$V_{\text{realm}} = 2.64668 \times 10^{-5} \text{Freq}^2 - 0.0161 \text{Freq} + 4.78465 \quad (5.7)$$

- *Interruptor 3up (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Aumenta)*

$$\text{Freq} = 31.30907V_{\text{sp}}^2 + 93.58598V_{\text{sp}} + 238.9352 \quad (5.8)$$

$$V_{\text{realm}} = 3.16183 \times 10^{-6} \text{Freq}^2 - 0.00556 \text{Freq} + 3.5085 \quad (5.9)$$

- *Interruptor 3down (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Disminuye)*

$$\text{Freq} = 31.78759V_{\text{sp}}^2 - 439.93108V_{\text{sp}} + 1863.71029 \quad (5.10)$$

$$V_{\text{realm}} = 1.9135 \times 10^{-6} \text{Freq}^2 - 0.00397 \text{Freq} + 3.00722 \quad (5.11)$$

- *Interruptor 2up (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Aumenta)*

$$\text{Freq} = 0.06264V_{sp}^2 + 0.2131V_{sp} + 0.54586 \quad (5.12)$$

$$V_{\text{realm}} = 0.54397\text{Freq}^2 - 1.93044\text{Freq} + 2.27341 \quad (5.13)$$

- *Interruptor 2down (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Disminuye)*

$$\text{Freq} = 0.06962V_{sp}^2 - 0.93846V_{sp} + 4.0083 \quad (5.14)$$

$$V_{\text{realm}} = 0.29418\text{Freq}^2 - 1.24925\text{Freq} + 1.81845 \quad (5.15)$$

- *Interruptor 1up (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Aumenta)*

$$\text{Freq} = 0.38441V_{sp}^2 + 1.89984V_{sp} + 4.81836 \quad (5.16)$$

$$V_{\text{realm}} = 0.00161\text{Freq}^2 - 0.04345\text{Freq} + 0.3712 \quad (5.17)$$

- *Interruptor 1down (V_{sp} Aumenta y Frecuencia Disminuye)*

$$\text{Freq} = 0.53545V_{sp}^2 - 6.79972V_{sp} + 30.05898 \quad (5.18)$$

$$V_{\text{realm}} = 6.25382 \times 10^{-4}\text{Freq}^2 - 0.02043\text{Freq} + 0.23753 \quad (5.19)$$

5.3.2 CURVAS DEL SISTEMA

Junto con las ecuaciones que rigen la dinámica del FSS se hicieron las respectivas curvas para los cuatro (4) interruptores, tanto de subida (Al aumentar V_{sp} aumenta la frecuencia), como de bajada (Al aumentar V_{sp} disminuye la frecuencia), ya que teóricamente el comportamiento de la planta es de carácter logarítmico, razón por la que se definió el comportamiento del sistema mediante una función a trozos como se puede observar en las tablas 5.2 y 5.3, y en las

ecuaciones (5.4) hasta (5.19), tanto para las curvas de Freq Vs V_{sp} como para las de V_{realm} Vs Freq, obteniendo en cada caso un polinomio de segundo orden y las respectivas curvas, que mejor se ajustan al comportamiento del sistema.

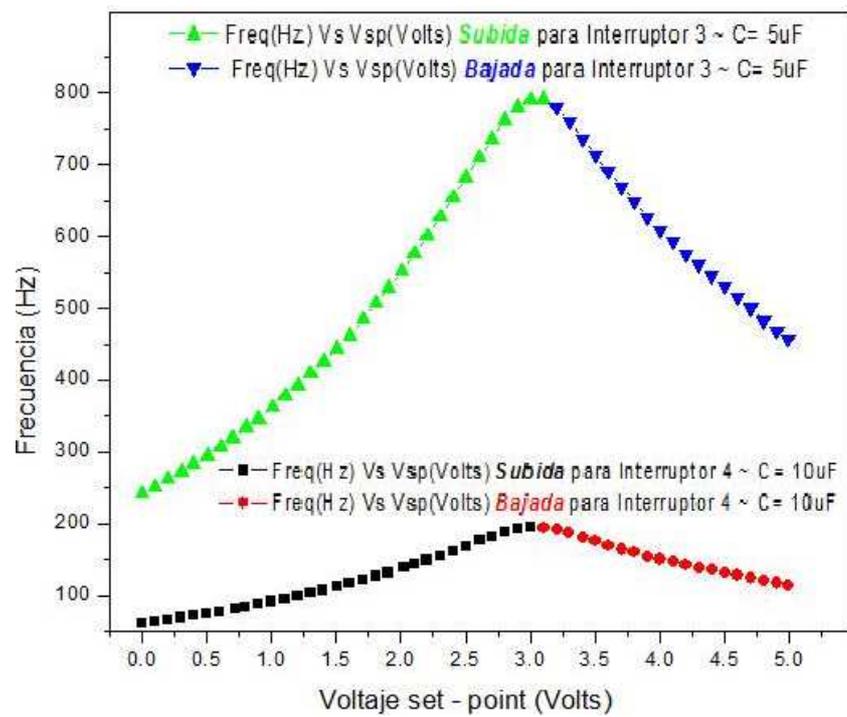


Figura 5.10. Frecuencia Vs V_{sp} para los interruptores 4 y 3.

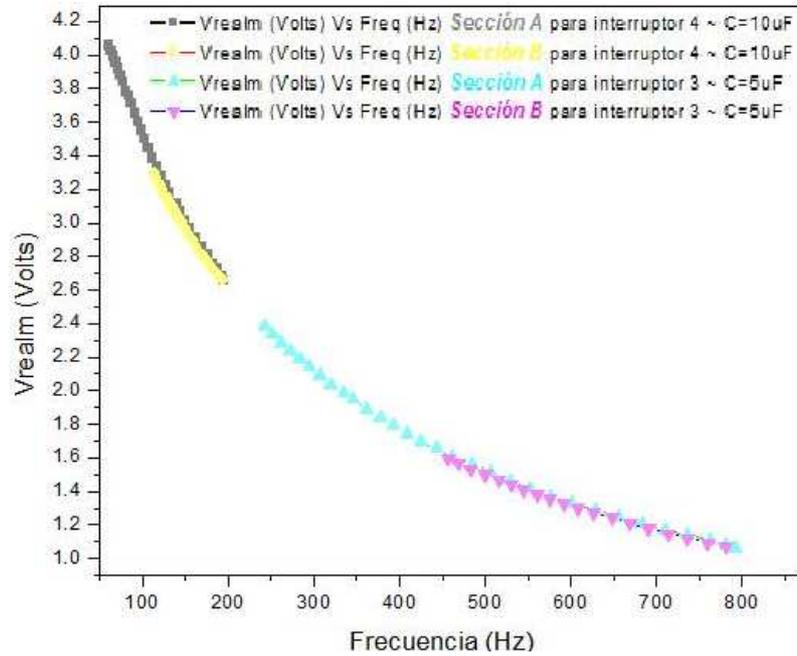


Figura 5.11. V_{realm} Vs Frecuencia para los interruptores 4 y 3.

En la figura 5.11, sección A, se observa que al aumentar V_{sp} aumenta la frecuencia (Ver curvas de subida en la figura 5.10) y V_{realm} disminuye, mientras que sección B significa que cuando se incrementa V_{sp} disminuye la frecuencia (Ver curvas de bajada en la figura 5.10) y V_{realm} aumenta según los rangos mostrados en las tablas 1 y 2.

El formalismo anterior también es válido para las figuras 5.12 y 5.13 respectivamente.

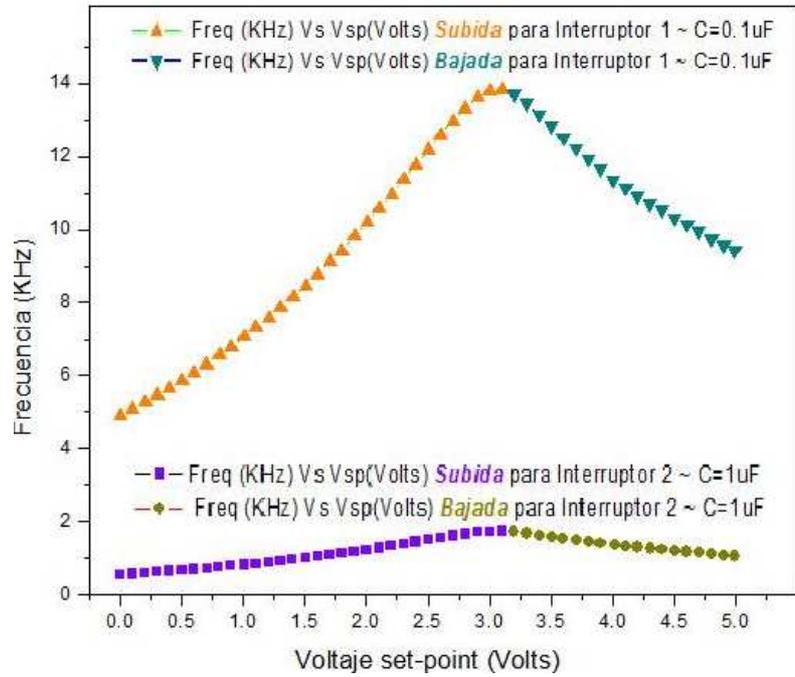


Figura 5.12 Frecuencia Vs V_{sp} para los interruptores 2 y 1.

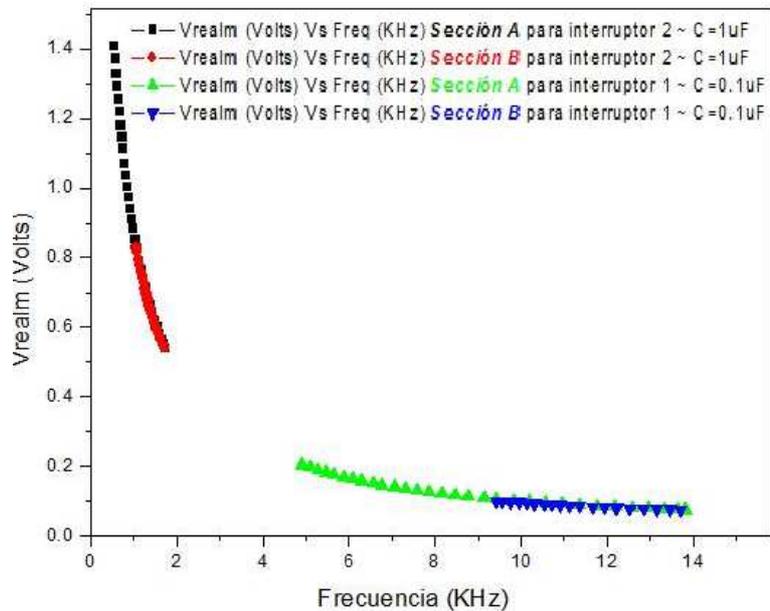


Figura. 5.13. V_{realm} Vs Frecuencia para los interruptores 2 y 1.

5.3.3 SIMULACIÓN EN MATLAB DEL FSS

Una vez obtenidas las curvas y ecuaciones que describen la dinámica del sistema, se procedió a hacer la simulación del comportamiento del FSS considerando las ecuaciones anteriormente expuestas, habiendo implementado un controlador PI digital, obteniendo los resultados que se muestran a continuación:

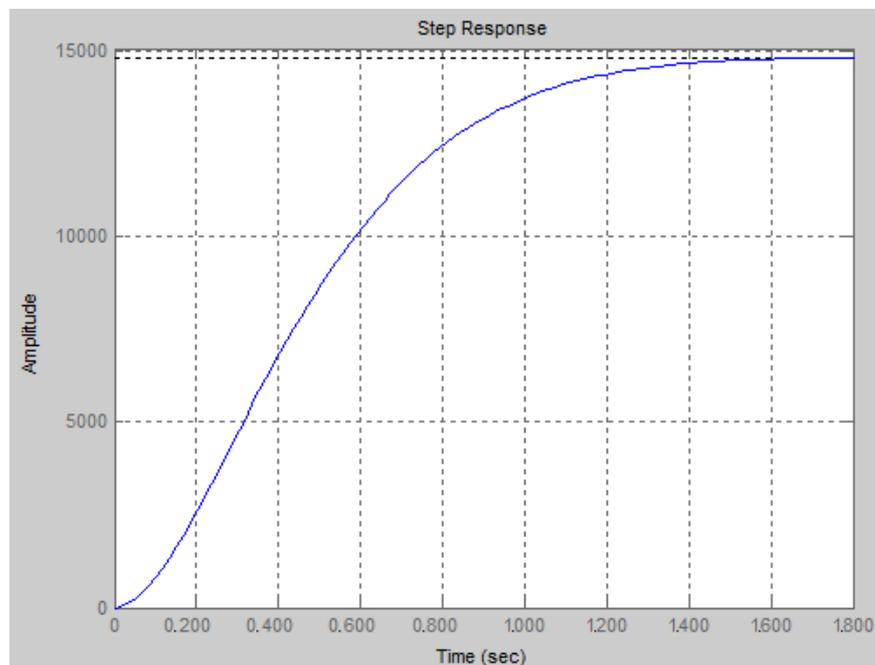


Figura 5.14 Respuesta del FSS en S ante una entrada escalón unitario

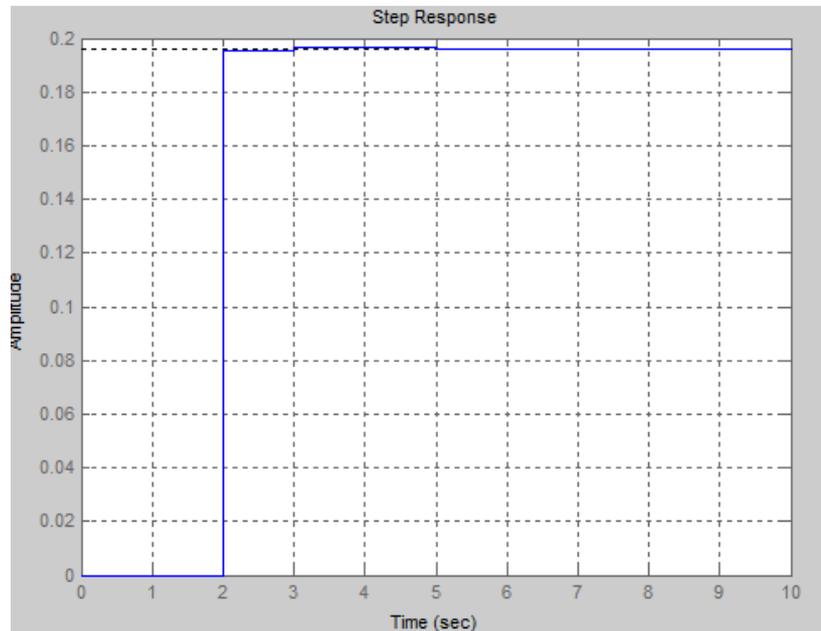


Figura 5.15 Respuesta del FSS en Z ante una entrada escalón unitario

En la figura 5.14 se presenta la respuesta al escalón unitario en s del sistema variador de frecuencia (FSS) utilizando una acción de control PI. El FSS es un sistema estable, sin sobrepaso, y con un tiempo de estabilización de aproximadamente 1.8 segundos.

En la figura 5.15 se observa la respuesta al escalón unitario en z del FSS. Se corrobora la estabilidad del sistema, no existe sobrepaso y presenta un tiempo de estabilización aproximado entre 2 y 3 segundos.

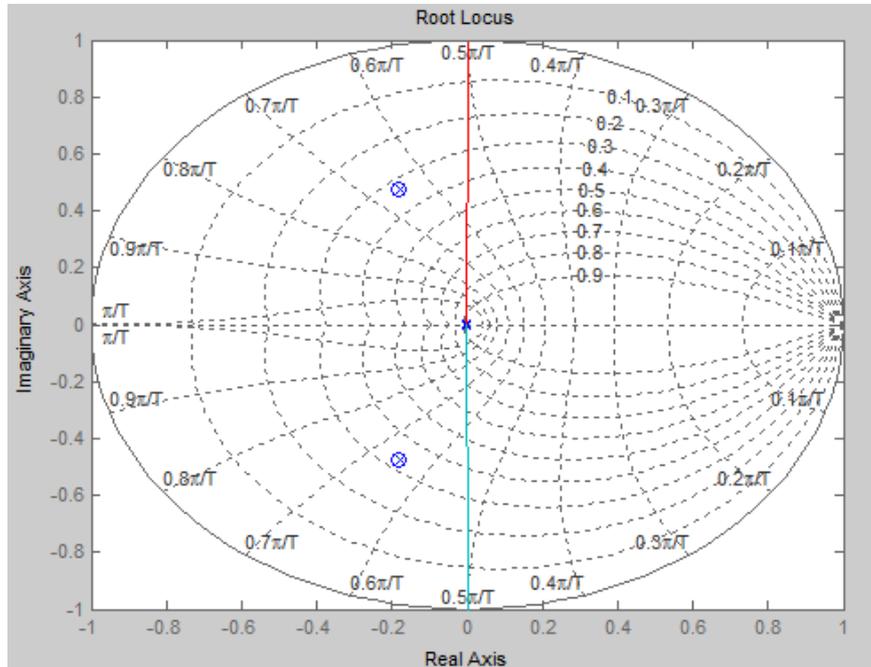


Figura 5.16 Lugar geométrico de las raíces para el FSS

En la figura 5.16 se observa el lugar geométrico de las raíces para el FSS, en donde claramente se reafirma la estabilidad del sistema, ya que tanto los polos(x) como los ceros(o) del sistema se encuentran ubicados dentro del círculo de radio unitario en z, con un coeficiente de amortiguamiento ζ ubicado entre 0.3 y 0.35 ($0.3 < \zeta < 0.35$); además se observan los polos y los ceros en la misma posición.

La función de transferencia del sistema variador de frecuencia FSS para el caso analizado (Sección 5.3.1 Interruptor 4 up) se muestra en la ecuación 5.20.

Transfer function:

$$\frac{73.44 z^{-2} + 26.72 z^{-3} + 19.19 z^{-4}}{375.3 + 135.1 z^{-1} + 97.56 z^{-2} + 0.6355 z^{-3} + 0.001299 z^{-4}} \quad (5.20)$$

5.4 FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE ZnO UTILIZANDO EL SISTEMA MAGNETRÓN SPUTTERING RF 13.56MHz

5.4.1 PARÁMETROS DE CRECIMIENTO

Los parámetros considerados para crecer y depositar una película delgada son:

- 1) Distancia Blanco - Sustrato
- 2) Presión en la Cámara (Gas Argón)
- 3) Potencia Emitida
- 4) Potencia Reflejada
- 5) Temperatura del Sustrato
- 6) Tiempo de Crecimiento

5.4.1.1 SUSTRATOS SELECCIONADOS

La descripción de los sustratos elegidos para crecer las películas delgadas se muestran en la tabla 5.4.

Sustrato	Orientación	Dimensiones
Vidrio	Amorfo	10x10x1.0mm
Cuarzo (SiO ₂)	< X – Cut >	10x10x1.0mm
Silicio (Si)	< 1 0 0 >	10x10x1.0mm

Tabla 5.4 Sustratos seleccionados para la deposición de ZnO.

5.4.1.2 ETAPA DE PRE-SPUTTERING

En este trabajo, la clave para obtener películas delgadas de ZnO altamente orientadas, con alta resistencia eléctrica y que posean la propiedad de piezoelectricidad, radica principalmente en la limpieza de la cámara, en la resistencia eléctrica del blanco utilizado y en los parámetros de crecimiento ya mencionados, además de considerar el sustrato sobre el cual es depositada la película delgada, para intereses finales de aplicación en un dispositivo electrónico en el cual el elemento piezoeléctrico activo (La película delgada de ZnO crecida sobre Vidrio, Si y SiO₂) entregue una señal que sea medible, pero que además sea limpia. Para esto es de vital importancia que antes de crecer o hacer *sputtering* se haga un *pre-sputtering*, para ir encontrando los parámetros óptimos de trabajo del equipo, de tal manera que éste se vaya acostumbrando poco a poco a trabajar con los anteriores. La descripción detallada del proceso de pre-sputtering se muestra en las tablas 5.5 y 5.6 respectivamente.



Figura 5.17 Sistema Magnetrón Sputtering RF *BAE 250 Balzers Union*

Dia	Fecha	Hora	Agua	Potencia	Pot. Reflejada	Presión	Temperatura
				(W)	(W)	(mbar)	(°C)
Lunes	14/09/2009	5:52 PM	OK	14	0	5X10 ⁻²	30,5
Lunes	14/09/2009	6:20 PM	OK	15	1	5,5X10 ⁻²	31,6
Martes	15/09/2009	9:05 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	23,9
Martes	15/09/2009	9:15 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	24,7
Martes	15/09/2009	9:25 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	27,6
Martes	15/09/2009	9:35 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	29,5
Martes	15/09/2009	9:45 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	31,1
Martes	15/09/2009	10:05 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	34,1
Martes	15/09/2009	10:15 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	35,8
Martes	15/09/2009	10:25 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	36,8
Martes	15/09/2009	10:35 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	37,4
Martes	15/09/2009	10:45 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	38,8
Martes	15/09/2009	10:55 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	39,7
Martes	15/09/2009	11:05 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	40,3
Martes	15/09/2009	11:15 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	40,9
Martes	15/09/2009	11:25 AM	OK	24	0	2X10 ⁻²	41,5
Martes	15/09/2009	11:35 AM	OK	35	0	2X10 ⁻²	41,8
Martes	15/09/2009	11:45 AM	OK	35	0	2X10 ⁻²	42,7
Martes	15/09/2009	12:00 PM	OK	35	0	2X10 ⁻²	44,1
Miércoles	16/09/2009	8:35 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	21,9
Miércoles	16/09/2009	8:45 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	23,4
Miércoles	16/09/2009	8:55 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	25,9
Miércoles	16/09/2009	9:05 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	28,6
Miércoles	16/09/2009	9:15 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	31,5
Miércoles	16/09/2009	9:25 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	34,2
Miércoles	16/09/2009	9:35 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	37,5
Miércoles	16/09/2009	9:45 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	38,4
Miércoles	16/09/2009	9:55 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	39,9
Miércoles	16/09/2009	10:05 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	41,6
Miércoles	16/09/2009	10:15 AM	OK	35	0	6X10 ⁻²	42,9
Miércoles	16/09/2009	10:25 AM	OK	35	0	5,5X10 ⁻²	43,7

Miércoles	16/09/2009	10:35 AM	OK	35	0	$5,5 \times 10^{-2}$	44,5
Miércoles	16/09/2009	10:45 AM	OK	35	0	$5,5 \times 10^{-2}$	45,1
Miércoles	16/09/2009	10:55 AM	OK	35	0	$5,5 \times 10^{-2}$	46
Miércoles	16/09/2009	11:05 AM	OK	35	0	$5,5 \times 10^{-2}$	47,2
Miércoles	16/09/2009	11:15 AM	OK	35	0	$5,5 \times 10^{-2}$	48
Jueves	17/09/2009	8:00-10:05 AM	OK	35	0	$1,3 \times 10^{-2}$	50

Tabla 5.5 Encontrando parámetros Etapa de *Pre-sputtering* (1)

Día	Fecha	Hora	Agua	Potencia (W)	Pot. Reflejada (W)	Presión (mbar)	Temperatura (°C)
Viernes	23/10/2009	10:00am - 10:30am	OK	50	0	6×10^{-2}	21,9 to 29,0
Sábado	24/10/2009	8:50am - 10:10am	OK	20	0	6×10^{-2}	21,8 to 35,8
Sábado	24/10/2009	10.10am - 10:30am	OK	50	0	$5,5 \times 10^{-2}$	35,8 to 41,0
Lunes	26/10/2009	11:00am - 11:38am	OK	10	0	4×10^{-2}	21,5 to 25,6
Miércoles	28/10/2009	8:40am - 9:05am	OK	20	0	2×10^{-2}	21,6 to 26,5
Jueves	29/10/2009	8:50am - 9:25am	OK	20	0	2×10^{-2}	22,1 to 26,0
Viernes	30/10/2009	9:20am - 10:00am	OK	20	0	2×10^{-2}	21,8 to 26,0
Sábado	31/10/2009	8:45am - 9:15am	OK	20	0	2×10^{-2}	22,1 to 26,1
Martes	03/11/2009	9:02am - 9:32am	OK	20	0	$2,3 \times 10^{-2}$	21,9 to 26,3
Jueves	05/11/2009	8:22am - 8:52am	OK	20	0	$2,5 \times 10^{-2}$	22,1 to 26,9
Jueves	03/12/2009	8:56am - 9:26am	OK	20	0	$2,5 \times 10^{-2}$	21,7 to 26,2

Tabla 5.6 Etapa de *Pre-sputtering definitiva* antes de fabricar cada película delgada.

5.4.1.3 ETAPA DE SPUTTERING

Los parámetros de crecimiento utilizados inmediatamente siguientes al proceso de pre-sputtering descrito en la tabla 5.6, para la fabricación de las películas delgadas de ZnO crecidas sobre cada uno de los sustratos citados en la tabla 5.4 se describe detalladamente en la tabla 5.7.

Día	Fecha	Hora	Agua	Potencia (W)	Pot. Reflejada (W)	Presión (mbar)	Temperatura (°C)	Corriente (A)	Voltaje (Volts)	Tiempo Crecimiento (hr)	Sustrato
Sábado	24/10/2009	12:10am - 1:10pm	OK	90	2	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	1	Vidrio
							41,8 to 141,8				
Lunes	26/10/2009	11:39am - 1:39pm	OK	100	3	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	2	Vidrio
							28,1 to 150,4				
Miércoles	28/10/2009	9:10am - 10:10am	OK	100	3	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	1	Vidrio
							28,1 to 149,1				
Jueves	29/10/2009	9:30am - 10:30am	OK	100	2	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	1	Cuarzo y Vidrio
							28,0 to 131,7				
Viernes	30/10/2009	10:51am - 12:51pm	OK	100	2	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	2	Cuarzo y Vidrio
							36,0 to 140,2				
Sábado	31/10/2009	9:20am - 10:20am	OK	100	2	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	1	Silicio y Vidrio
							28,0 to 142,3				
Martes	03/11/2009	9:40am - 11:40am	OK	100	2	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	2	Silicio y Vidrio
							29,5 to 148,6				
Jueves	05/11/2009	9:00am - 11:00am	OK	100	2	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	2	Vidrio
							30,0 to 145,2				
Jueves	03/12/2009	9:33am - 10:33am	OK	100	2	1,3X10 ⁻²	Solo Plasma	0	0	1	Silicio(2) y Vidrio
							30,0 to 144,6				

Tabla 5.7 Información detallada acerca de los parámetros de crecimiento, de películas delgadas de ZnO depositadas sobre los sustratos respectivos, usando el sistema *BAE 250* del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca.

Un primer parámetro a analizar es la distancia entre el blanco y el sustrato, ya que es un parámetro fundamental para el crecimiento de las películas delgadas, pues de ésta depende en primera instancia la cantidad de material depositado sobre la película.

La distancia óptima seleccionada entre el blanco y el sustrato fue de 5cm como lo muestra la figura 5.18, y se eligió éste valor con base en la literatura analizada anterior al proceso de fabricación de las películas.

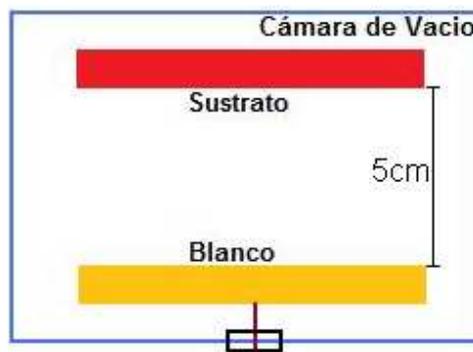


Figura 5.18 Distancia seleccionada Blanco - Sustrato

En las figuras 5.19 y 5.20 extraídas de la literatura [20] y [21] se observa la dependencia de la temperatura con respecto al tiempo de crecimiento, para 3 distancias blanco – sustrato distintas y la dependencia de la resistividad en función de la temperatura.

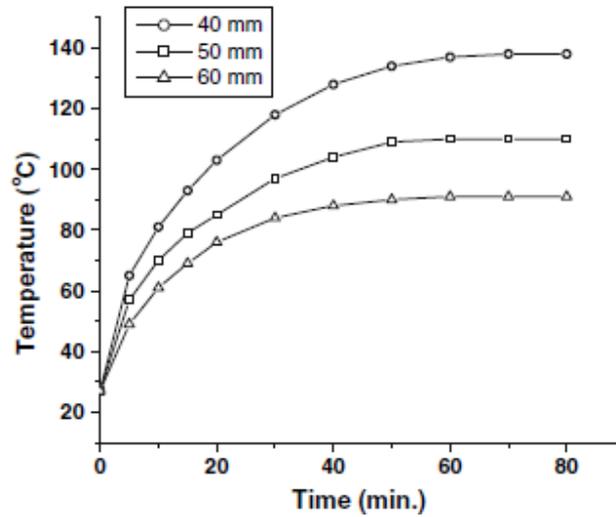


Figure 5.19 Change in substrate temperature with time during the sputtering at different target to substrate spacings (RF Power:100W) No external heating was provided [20].

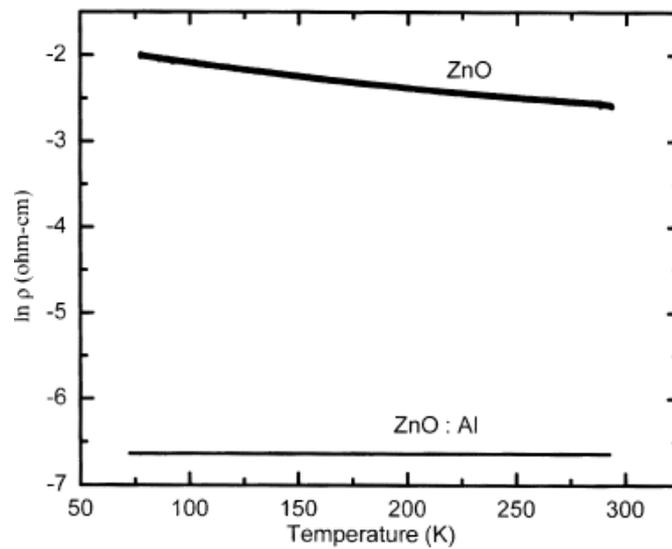


Figure 5.20 $\ln \rho$ resistivity Vs temperature plot for ZnO:Al and ZnO Films [21].

Como se observa en las figuras 5.19 y 5.20, la resistividad eléctrica del Óxido de Zinc, estrechamente relacionada con la resistencia eléctrica, depende de la temperatura en el sustrato, pero la temperatura en el sustrato depende de la distancia entre el blanco y el sustrato además del tiempo de crecimiento, y al observar la figura 5.20 se aprecia que al aumentar la temperatura en el sustrato, disminuye la resistencia, pero el objetivo primordial de éste trabajo es el de obtener películas delgadas piezoeléctricas que posean alta resistencia eléctrica, para que al generarse una corriente de orden inferior a los miliamperios (mA) en el material piezoeléctrico como resultado de una deformación en la red, ésta pueda ser amplificada debido a la alta resistencia eléctrica y por ende pueda ser medible evidenciada en una señal de voltaje AC.

Además es necesario que la temperatura sea menor a 150°C, ya que al sobrepasar éste límite se genera un re-sputtering del material que se va depositando, situación que causa el desprendimiento de la película delgada [12], lo cual entorpece todo el proceso de crecimiento y deposición del Óxido de Zinc en película delgada, por lo cual el crecimiento se hizo a temperatura ambiente sin precalentamiento del sustrato. (Solo con la energía térmica que suministra el plasma al sustrato).

5.4.2 RECOCIDO DE PELÍCULAS DELGADAS DE ZnO CRECIDAS SOBRE VIDRIO, CUARZO Y SILICIO.

La siguiente etapa dentro de la fabricación de películas delgadas de Óxido de Zinc, buscando obtener un crecimiento ordenado y una orientación preferencial en la dirección *c* o *c*-axis con propiedades piezoeléctricas, es la etapa de recocido o *Post Deposition Annealing* de las películas delgadas.

En la literatura [20] se reporta que éste procedimiento favorece notablemente la intensidad del pico en la orientación c o (002), además de disminuir el ancho del mismo, lo que para el interés principal de obtener un material piezoeléctrico activo crecido en película delgada es fundamental, para una posterior aplicación en la fabricación de sistemas o dispositivos micro electro mecánicos (MEMS) *Micro-electric-mechanics-systems*.

El proceso de recocido de las películas delgadas al salir de la etapa de sputtering fue realizado en atmosfera de aire, utilizando el horno con controlador de temperatura de alta precisión *Eurotherm* mostrado en la figura 5.21.



Figura 5.21 Horno de fabricación alemana con controlador de temperatura de alta precisión *Eurotherm*.

Las películas delgadas fabricadas en los sustratos citados en la tabla 5.4 se muestran en la figura 5.24.

Las rampas programadas para el proceso de recocido se muestran en las figuras 5.22 y 5.23 respectivamente.

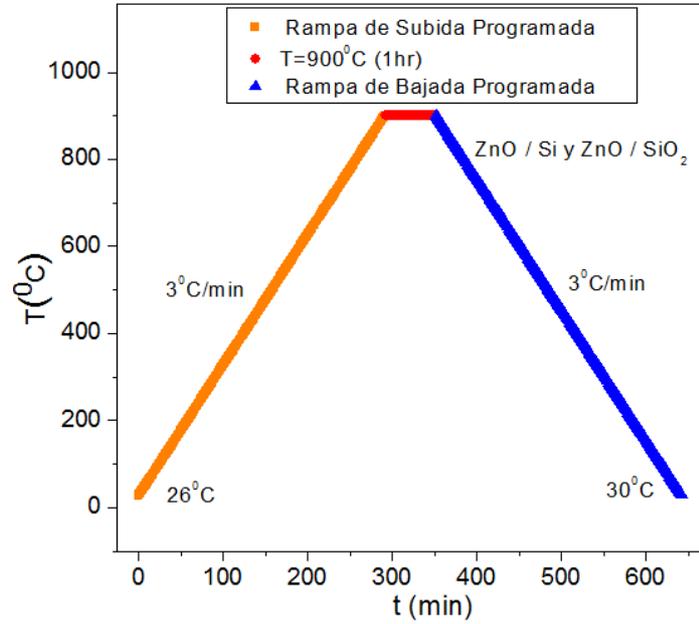


Figura 5.22 Rampa programada para el recocido en atmósfera de aire de películas delgadas de ZnO sobre silicio y cuarzo.

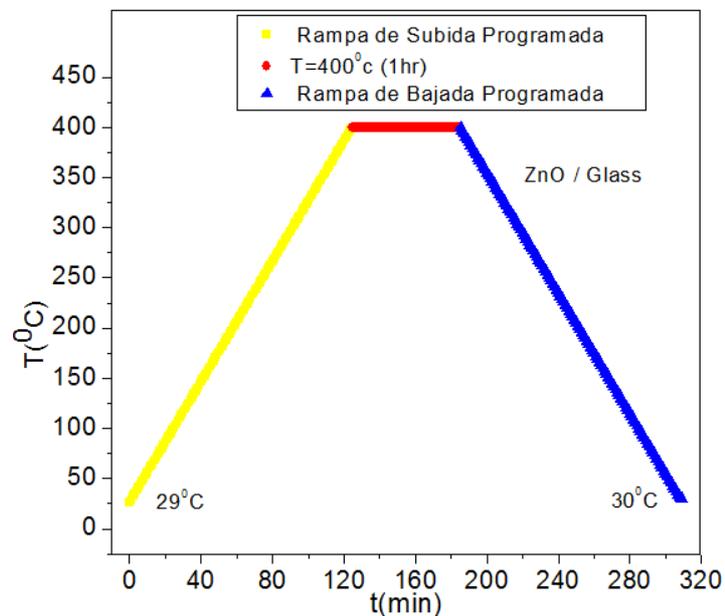


Figura 5.23 Rampa programada para el recocido en atmósfera de aire de películas delgadas de ZnO sobre vidrio.

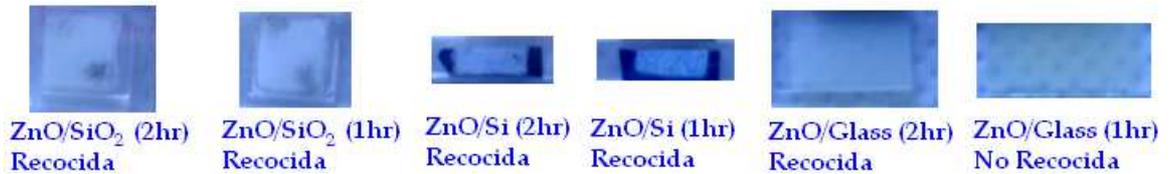


Figura 5.24 Películas delgadas de ZnO crecidas sobre vidrio, cuarzo y silicio.

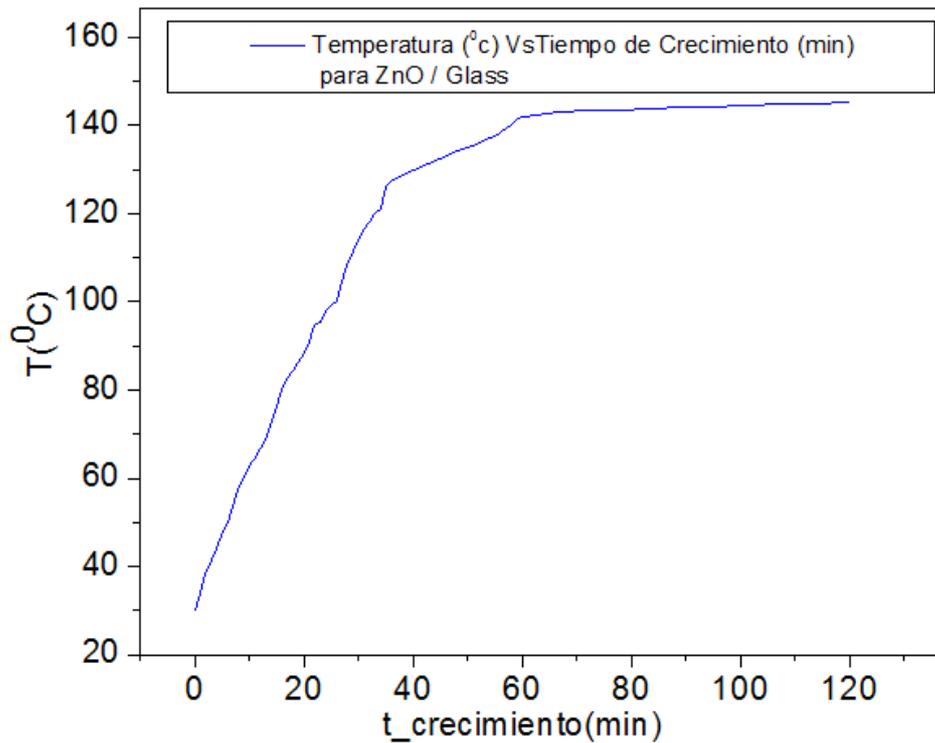


Figura 5.25 Evolución de la temperatura en el tiempo, al realizar el proceso de crecimiento de una película delgada de ZnO sobre un sustrato de vidrio, utilizando el sistema magnetrón sputtering RF 13.56MHz BAE-250 del laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca.

En la figura anterior se verifica el comportamiento esperado de temperatura en función del tiempo de crecimiento para una película delgada de ZnO en éste caso crecida sobre vidrio, como el reportado en la literatura mostrado en la figura 5.19, considerando una distancia entre el blanco y el sustrato de 5cm.

En ésta gráfica se observa que crecer una película delgada de ZnO solo con la energía suministrada al sustrato por el plasma (Temperatura Ambiente) debido a la presencia y bombardeo de argón sobre el blanco de Óxido de Zinc en la cámara, a una potencia de 100W de la fuente RFX-600A con una potencia reflejada de 2W, a una presión de 1.3mbar y con el horno apagado, considerando un tiempo de crecimiento de 2 horas, se observa un aumento de temperatura desde 30⁰c hasta 145.2⁰c, lo cual muestra que se está en un rango de temperatura permitido antes de provocar un re-sputtering del material depositado.

5.5 CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA DE PELICULAS DELGADAS DE ZnO

5.5.1 MEDIDAS DE RESISTENCIA ELECTRICA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA

Se hicieron medidas de R Vs T para las películas delgadas de ZnO sobre vidrio en el laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca, usando el método de vander pauw mostrado en la figura 4.2, los equipos observados en las figuras 4.3, 4.4 y 4.5, y los programas hechos con el software Labview 8.0 descritos en la figura 4.6, obteniendo excelentes resultados, ya que a temperatura ambiente se obtuvieron lecturas de resistencia superiores a 212M Ω (Obteniendo valores de resistencia eléctrica del orden reportado en la literatura para el Óxido de Zinc 10⁶ Ω), valor límite de medida de resistencia de la fuente Keithley 2400.

Por lo anteriormente expuesto se hizo necesario hacer las medidas R Vs T aumentando la temperatura usando el controlador de temperatura Lakeshore 330, considerando un rango entre 320K a 380K (47°C hasta 107°C), valor máximo de temperatura permitido antes de malograr el material calefactor (Manganina) del equipo utilizado.

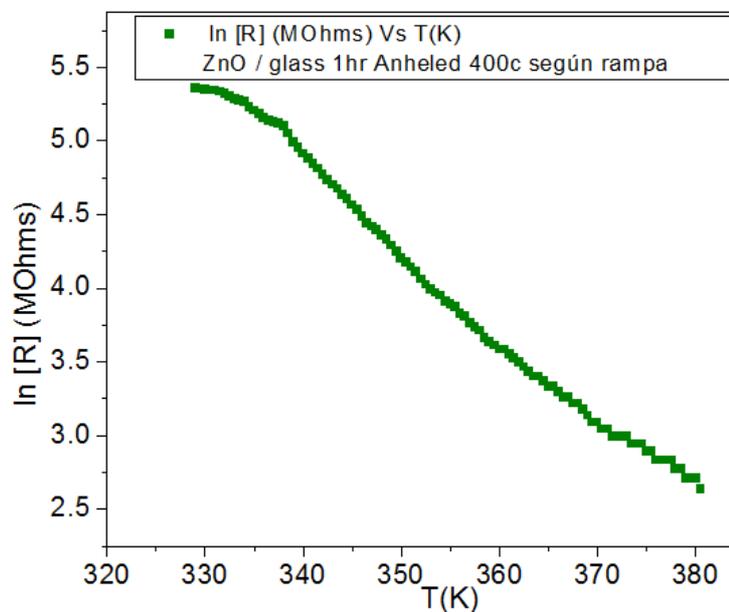


Figura 5.26 ln R (MΩ) Vs T (K) para una película delgada de ZnO crecida sobre vidrio recocida a 400°C según figura 5.23.

Además se corrobora una vez más el comportamiento esperado de la película delgada, al ser comparado con el reportado en la literatura, observado en la figura 5.20, es decir, al aumentar la temperatura disminuye la resistencia, ya que como se vio en el capítulo 2 el Óxido de Zinc es un semiconductor (Se comporta con conductor o como aislante dependiendo de la temperatura) es decir, que al

aumentar la temperatura se disminuye el gap en el ZnO o energía necesaria para pasar electrones de la banda de valencia a la banda de conducción, aumentando la conductividad del material, disminuyendo la resistividad del mismo y por ende su resistencia eléctrica.

5.5.2 MEDIDAS DE VOLTAJE EN FUNCIÓN DE LA CORRIENTE APLICADA A PELÍCULAS DELGADAS DE ZnO

Se hicieron medidas de voltaje en función de la corriente aplicada a películas delgadas de Óxido de Zinc en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas. La corriente fue aplicada usando la fuente Keithley 2400 y el voltaje fue medido con el nanovoltímetro de la empresa keithley, haciendo cada toma de datos a una temperatura constante.

Se hicieron medidas de V Vs I , considerando 8 valores de temperatura constante, y variando la corriente aplicada sobre la película delgada de ZnO, iniciando en 0nA con incremento de 5nA, hasta 300nA, corriente a la cual se satura el sistema debido a la alta resistencia de las películas delgadas, y un tiempo de retardo en la toma de datos de 3 segundos. Lo anterior se observa en la figura 5.27.

En la figura se corrobora el comportamiento óhmico (Cumplen la ley de Ohm $RI=V$) de las películas delgadas de ZnO, y los valores de saturación del voltaje de la fuente debido a la alta resistencia de las anteriores. Además se observa que al aumentar la temperatura se corre hacia la derecha el punto de saturación de la fuente debido a la disminución de la resistencia en las películas delgadas como se esperaba.

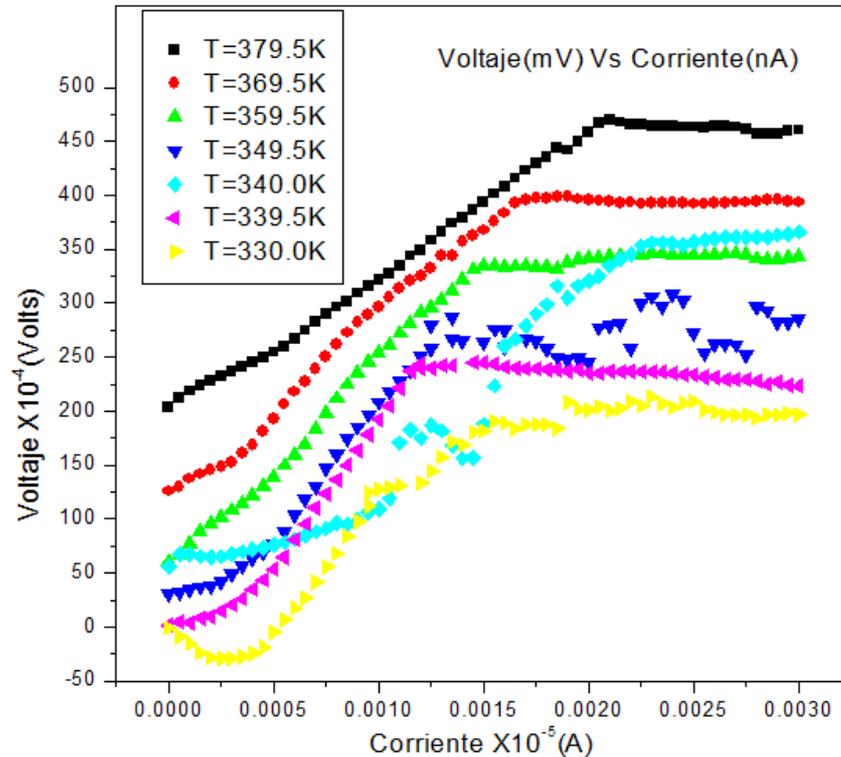


Figura 5.27 Medidas de Voltaje Vs Corriente para una película delgada de ZnO / Glass, recocida según figura 5.23.

Se presta especial atención a la curva de color azul claro correspondiente a la temperatura $T=340.0\text{K}$. En esta curva se observa un salto en voltaje desde aproximadamente 100mV hasta 250mV es decir de 150mV , en el rango en el cual se aplican corrientes desde aproximadamente 12nA hasta 17nA , permitiendo el mayor valor de corriente aplicada a la película delgada de todas las curvas antes de tender a saturarse ($\sim 23\text{nA}$) (Curva extraída en la figura 5.28).

En las otras curvas se observa el comportamiento óhmico descrito con anterioridad, en donde los valores de voltaje negativos en la curva de color amarillo, se atribuyen a que a la temperatura $T=330.0\text{K}$ se llega al límite permitido por la fuente keithley 2400 de medir resistencia (A menor temperatura la

resistencia aumenta, es decir la conductividad en las películas delgadas es menor en el rango entre 0nA y 5nA), lo cual se ve evidenciado en los valores de voltaje observados en dicha curva, además de que el voltaje de saturación es menor (Aproximadamente 200mV dado a 18nA), mientras que el voltaje de saturación para la curva negra (Hecha a una temperatura de $T=379.5K$) es de aproximadamente 480mV.

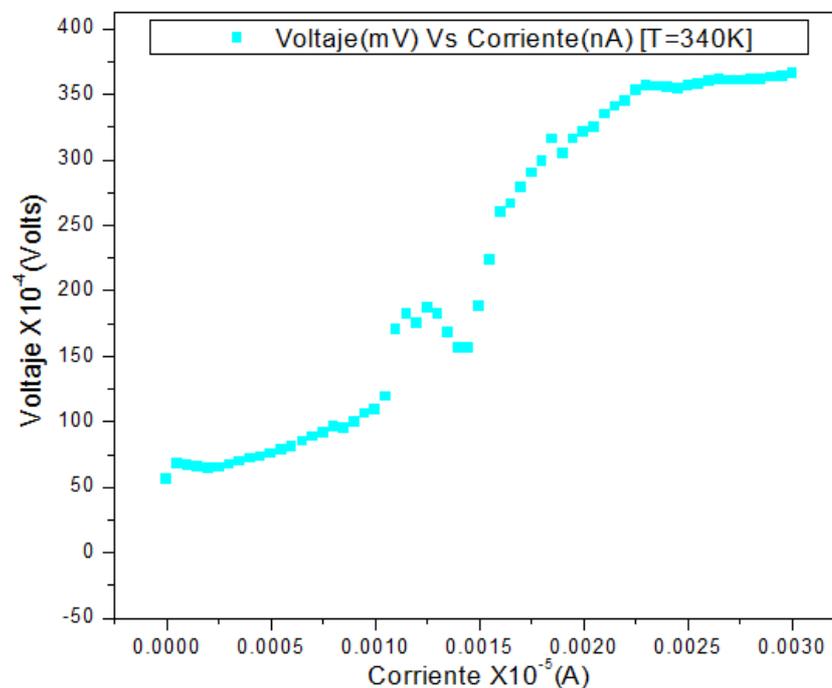


Figura 5.28 Voltaje Vs Corriente para una película delgada de ZnO/Glass a una temperatura $T=340.0K$.

Obsérvese que los valores de corriente aplicados son del orden de nano amperios (nA), y la respuesta en voltaje medido sobre la película es del orden de mili voltios, con lo cual se cumple un objetivo principal, el de obtener películas delgadas con alta resistencia eléctrica (Mayor a $212M\Omega$ a temperatura ambiente), para obtener voltajes medibles a corrientes muy pequeñas.

Se aclara que se hicieron medidas de resistencia con la fuente Keithley 2400 en modalidad de Ohmetro, a temperatura ambiente para todas las películas delgadas de ZnO crecidas sobre vidrio, cuarzo y silicio, obteniendo el resultado *OVERFLOW* es decir que la resistencia en $M\Omega$ es mayor al valor límite permitido por la fuente ($212M\Omega$).

5.6 CARACTERIZACIÓN DE RESPUESTA PIEZOELÉCTRICA

Se hizo caracterización de respuesta piezoeléctrica en películas delgadas de ZnO crecidas sobre cuarzo y silicio, fabricadas en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca. La caracterización fue hecha utilizando el sistema variador de frecuencia (*Frequency Selector System FSS*) diseñado e implementado específicamente para éste fin, el osciloscopio digital *LeCroy 9310CM 400MHz*, la medida de sonoridad fue hecha con el sonómetro *Extech 407703*, complementando la caracterización para observar respuesta a frecuencias mayores a 14KHz, con el generador de señales *MXG – 9802 METEX With Frequency Counter* y la sirena de estado sólido *EAI-550K*.

Los equipos usados en la caracterización de respuesta piezoeléctrica de películas delgadas de Óxido de Zinc (ZnO) crecidas sobre cuarzo (ZnO/SiO_2 x-cut) y silicio (ZnO/Si -100), recocidas según rampa observada en la figura 5.22, se observan en las figuras 5.29 a 5.33 respectivamente.

En la figura 5.34 se observa la convención a considerar en toda la sección de caracterización de respuesta piezoeléctrica. En toda la sección se observa respuesta del material piezoeléctrico ante una señal enviada perpendicular al plano donde yace depositada la película delgada, la cual genera una presión

sonora sobre la anterior. Las señales enviadas son del orden de pocos Hz, KHz y MHz.

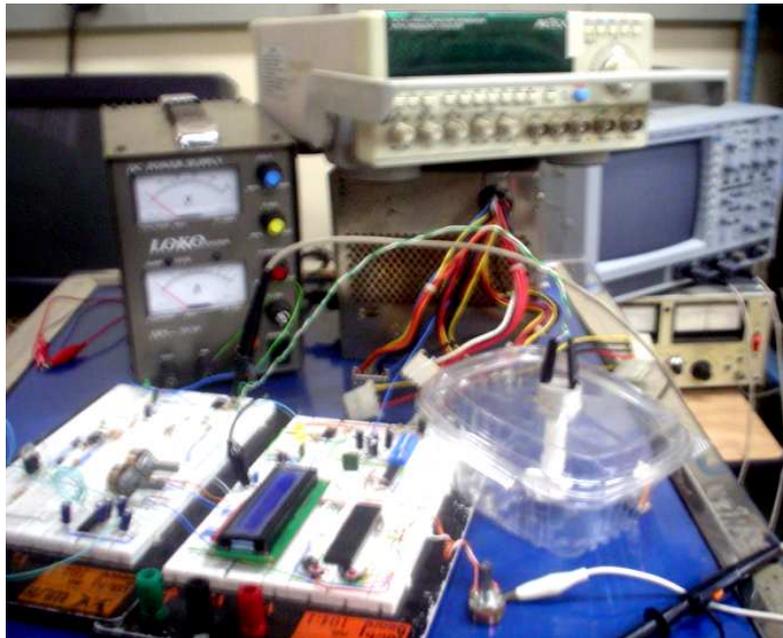


Figura 5.29 Sistema variador de frecuencia para caracterización de películas delgadas piezoeléctricas (*Frequency Selector System FSS*).



Figura 5.30 Osciloscopio Digital *LeCroy 9310CM 400MHz*



Figura 5.31 Sonómetro *Extech 407703*



Figura 5.32 Generador de señales *MXG – 9802 METEX With Frequency Counter*

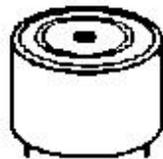


Figura 5.33 Sirena de estado sólido *EAI-550K*

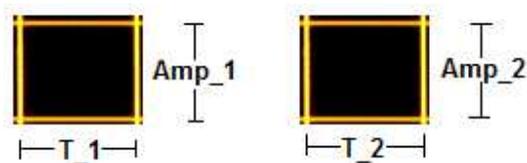


Figura 5.34 Convención considerada en todas las medidas de respuesta piezoeléctrica.

En la figura 5.35 se muestra el montaje experimental para la caracterización piezoeléctrica de películas delgadas de ZnO crecidas sobre cuarzo y silicio.

La caracterización consiste en enviar una señal de sonido, y ultrasonido con frecuencias de Hz, KHz y MHz como se observa en la totalidad de la caracterización de respuesta piezoeléctrica. Esta señal de estímulo genera una presión sobre la película delgada a caracterizar, y si ésta posee propiedad de piezoeléctrica, hay deformación en la red, generando una polarización respondiendo en forma de señal de voltaje AC, que puede ser medida en el osciloscopio.

La frecuencia y la amplitud de la señal de respuesta dependen del material piezoeléctrico y de la señal de estímulo.

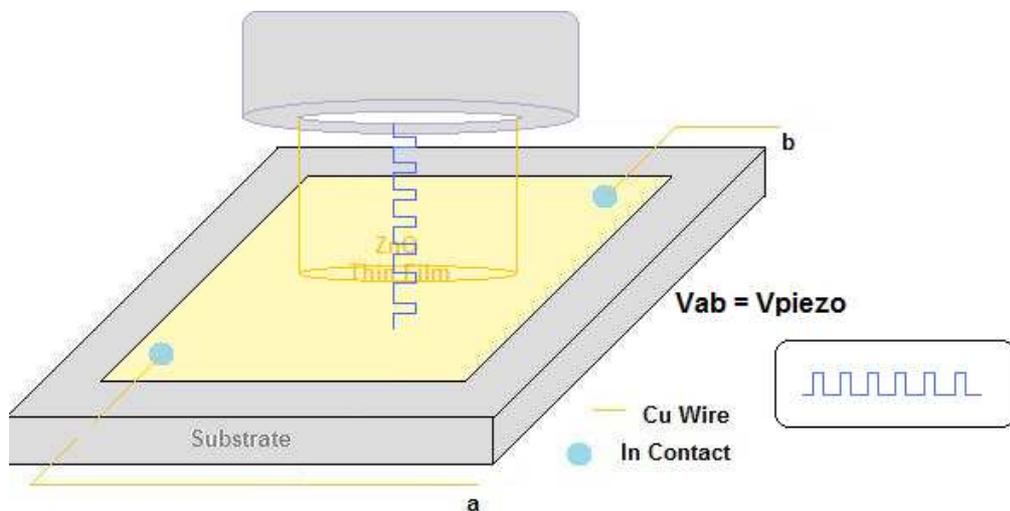
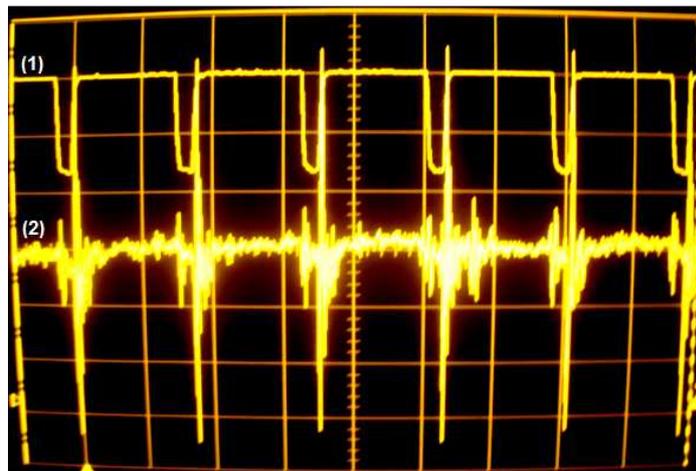


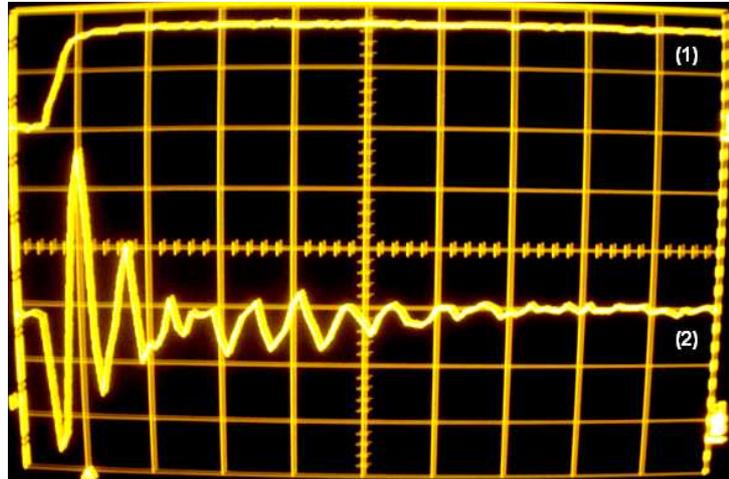
Figura 5.35 Montaje Experimental para caracterización piezoeléctrica de películas delgadas de ZnO crecidas sobre Cuarzo y silicio.

5.6.1 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / Si (100) (1hr) RECOCIDO 900°C (1hr) SEGÚN RAMPA

A. En resonancia (Toma 1)	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
T_1= 2us/div	T_2 = 2us/div
Amp_1= 2.00V/div	Amp_2= 20mV/div
Freq_1= 82.105KHz	Amp_2_pico = 138.1mV
Sonoridad_1=115dB	
Amp_1_pico = 3.28V	



B. En resonancia (Toma 2)	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
T_1=0.2us/div	T_2 = 0.1us/div
Amp_1= 2.00V/div	Amp_2= 25.0mV/div
Freq_1= 282.105KHz	Amp_2_pico=138.1mV
Sonoridad_1=115dB	
Amp_1_pico = 3.28V	



Como se esperaba, la mejor respuesta piezoeléctrica en amplitud de las películas delgadas se obtiene cuando las anteriores entran en resonancia con la señal de estímulo, es decir a frecuencias bajas, razón por la cual se corrobora la potencialidad del Óxido de Zinc crecido en película delgada como dispositivo capaz de filtrar señales con frecuencias alta es decir como filtro pasa-bajos.

Por otra parte se observa que la respuesta del dispositivo piezoeléctrico es una señal sub-amortiguada limpia y medible con un tiempo de establecimiento $t_s \approx 0.7\mu s$ (Figura B), con una amplitud pico máxima de 138.1mV en donde por cada estímulo enviado sobre la película (Figura A), existe una respectiva respuesta sub-amortiguada.

Los resultados mostrados en las figuras A y B son corroborados por la literatura [22] y [23] los cuales se observan en las figuras 5.36 y 5.37 respectivamente.

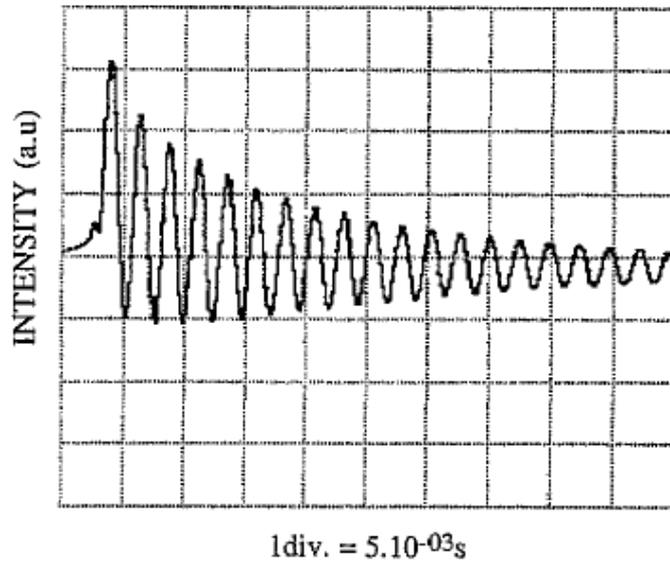


Figura 5.36 Piezoelectric response of 1 μm thick unpoled PbTiO₃ Film [22].

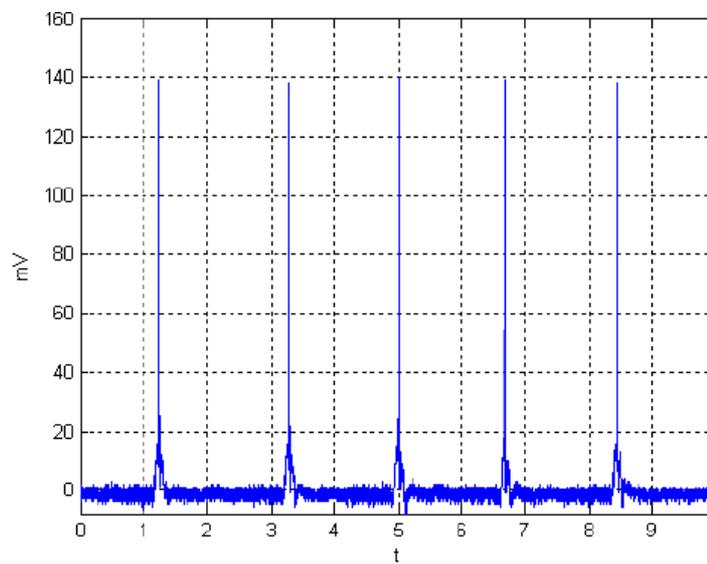
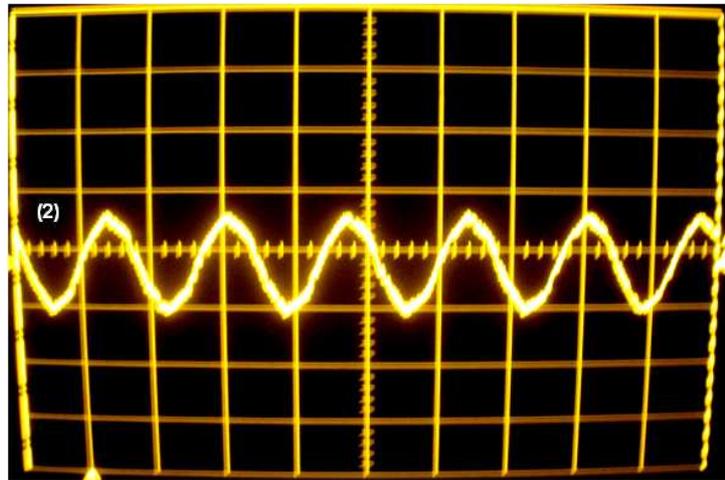


Figura 5.37 Respuesta en mV del efecto piezoeléctrico a cinco impulsos mecánicos de la película de ZnO depositada sobre silicio [23].

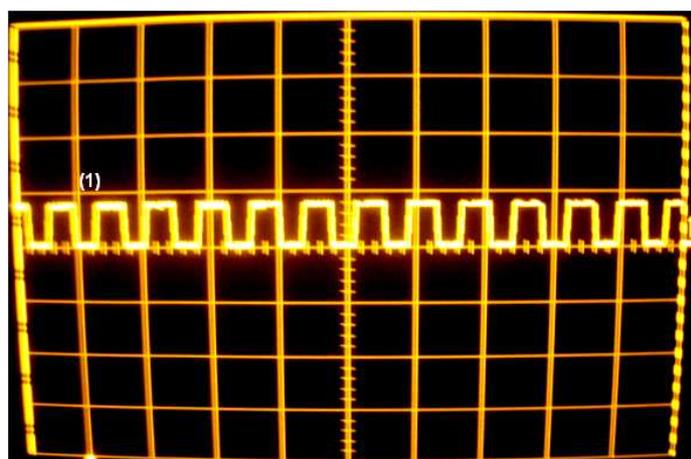
C. Envolvente	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
SOLO PIEZO CONECTADO	T_2 = 10ms/div
ENVIA UNA SEÑAL AC	Amp_2=1.00V/div
	Freq_2= 60.03Hz
	Amp_2_pico=1.67V



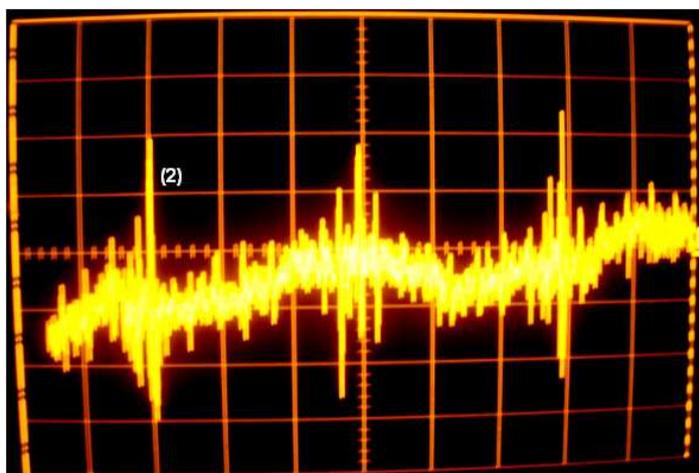
En la figura C se observa una envolvente, dentro de la cual se hace visible la respuesta piezoeléctrica del material dependiendo de la frecuencia y amplitud de excitación según sea el caso, lo cual demuestra la predisposición piezoeléctrica del material activo (ZnO) crecido en película delgada.

Las figuras D1 y D2 se dividieron de ésta manera para poder evidenciar la respuesta del piezo (D2) ante un estímulo (D1), debido a la diferencia de escalas en las gráficas.

D1. Envío de Tren de pulsos con frecuencia Baja(Hz)	
(Estimulo)	
	<i>Señal Enviada (1)</i>
	T_1= 0.2us/div
	Amp_1= 5.0V/div
	Freq_1= 6.53Hz
	Sonoridad_1=115dB
	Amp_1_pico = 4.30V



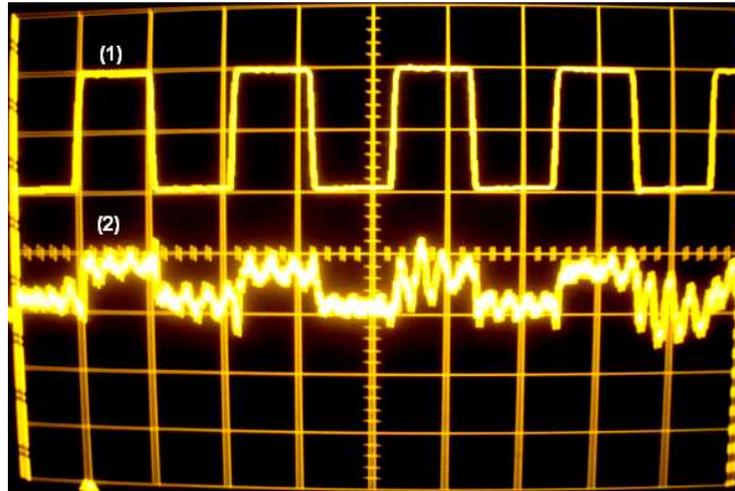
D2. Rta Piezo a estimulo D1	
	<i>Rta Piezo (2)</i>
	T_2= 5us/div
	Amp_2 = 7.0mV/div
	Amp_2_pico = 37.5mV



En la figura D2 se corrobora la tendencia de la película delgada o dispositivo piezoeléctrico a entrar en resonancia cuando se envía una señal de estímulo a baja frecuencia con parámetros descritos en la tabla D1 (Estímulo) y D2 (Respuesta del Piezo).

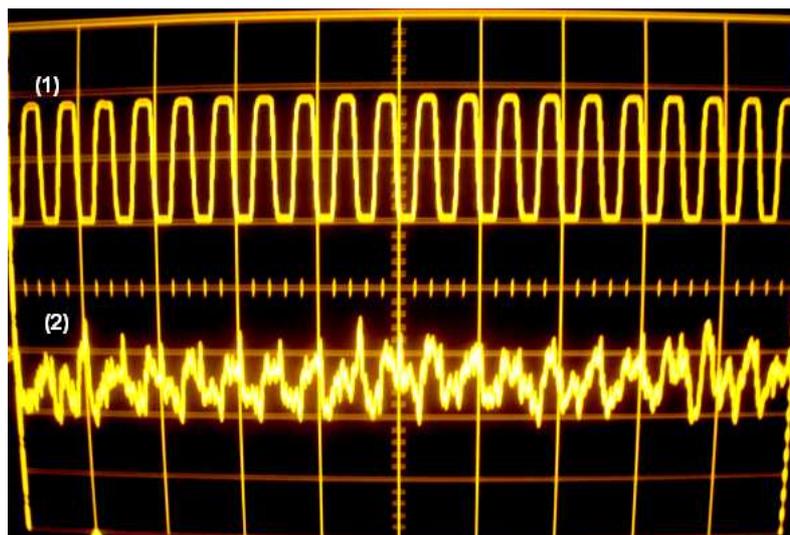
E. Envío de tren de pulsos con el generador de señales con frecuencia alta (KHz)	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
T_1= 2us/div	T_2 = 2us/div
Amp_1= 5.7V/div	Amp_2 = 33.0mV/div
Freq_1= 232.796KHz	Amp_2_pico= 33.0mV
Sonoridad = 120dB	
Amp_1_pico= 11.14V	

En la siguiente caracterización (Figura E) se observa como al enviar una señal de alta frecuencia (232.796 KHz) con el generador de señales y el emisor EAI-550K sobre la película delgada se obtiene una respuesta del dispositivo piezoeléctrico, en frecuencia equivalente a la señal de estímulo, pero con menor amplitud respecto a la amplitud en resonancia (Figuras A y B).



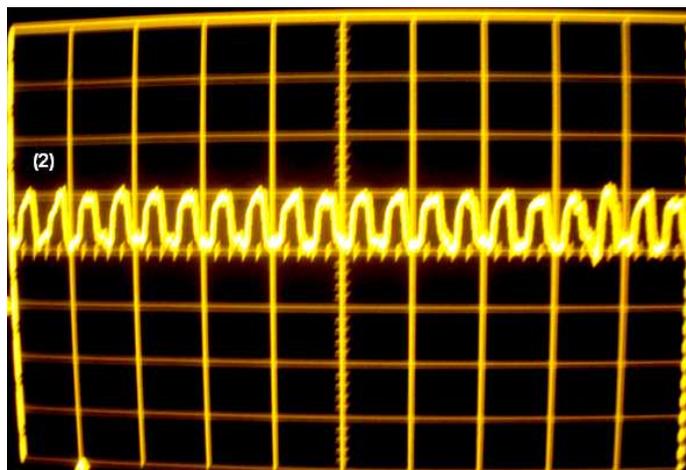
F. Envío de tren de pulsos con el generador de señales con frecuencia alta (MHz)

Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
T_1= 2us/div	T_2 = 2us/div
Amp_1= 5.7V/div	Amp_2 = 33.0mV/div
Freq_1= 1MHz	Amp_2 _pico = 33.0mV
Sonoridad = 119dB	
Amp_1 _pico= 10.16V	

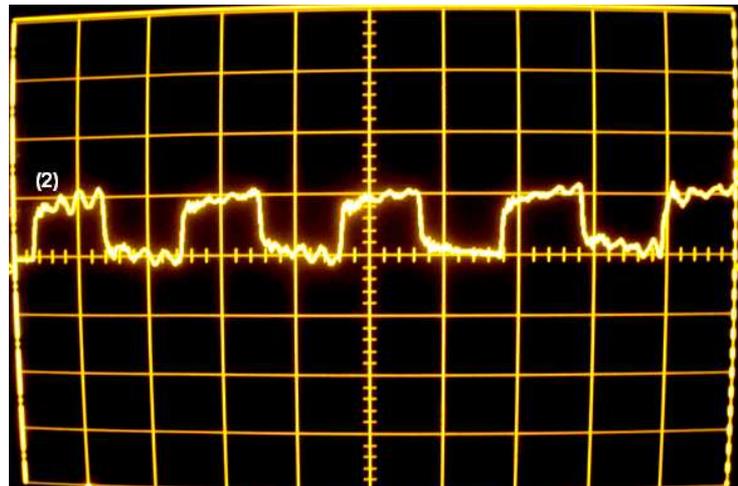


En las figuras E y F se observa una pérdida de amplitud en la respuesta del piezo y mayor ruido. Esto se debe al cambio en la impedancia por el cable utilizado para observar las dos señales de manera simultánea (Introduce más Ruido y pérdida de señal). Este problema es corregido observando únicamente la respuesta del piezo, bajo las mismas condiciones de estímulo, como se observa en las figuras FF y EE, respectivamente, corroborando una señal de respuesta piezoeléctrica de la película delgada analizada, limpia y del orden de mili voltios (mV). Además se observa una disminución en amplitud de la señal de respuesta piezoeléctrica a frecuencias de KHz y MHz, y como se observa en las figuras FF y EE, la respuesta sigue siendo limpia y con amplitud medible.

FF. Envío de tren de pulsos con el generador de señales con frecuencia alta (MHz) (Cambio de Cable)	
<i>Rta Piezo (2)</i>	
El generador envía Señal:	T ₂ = 2us/div
Freq ₁ = 1.01MHz	Amp ₂ = 80mV/div
	Amp _{2_pico} = 80mV
	Freq ₂ = 1.023MHz



EE. Envío de tren de pulsos con el generador de señales	
con frecuencia alta (KHz)	
(Cambio de Cable)	
	<i>Rta Piezo (2)</i>
	T_2= 2us/div
El generador muestra:	Amp_2= 90mV/div
Freq_1= 232.06KHz	Amp_2_pico=90mV
	Freq_2 =232.11KHz



En las figuras FF y EE se corrobora la potencialidad de las películas como dispositivo piezoeléctrico capaz de filtrar frecuencias altas (Filtro Pasa-bajas), sin embargo para otro tipo de aplicaciones, como por ejemplo encendido de motores mediante ultrasonido puede ser una excelente aplicación, en lugares donde un encendido por contacto genere una chispa que pueda desencadenar consecuencias catastróficas, ya que la respuesta del piezo es una señal medible (80mV y 90mV respectivamente), que puede ser amplificada y acondicionada para tal fin.

5.6.2 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / SiO₂ (x-cut) (1hr) RECOCIDO 900⁰C (1hr) SEGÚN RAMPA

A) <u>Respuesta a Baja Frecuencia</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=0.1s/div	T_2= 0.2ms/div
Amp_1= 2.00V/div	Amp_2= 20mV/div
Freq_1= 9.46Hz	Amp_2_pico= 20mV/div
Amp_1_Pico 3.48V	
Sonoridad = 115dB	



En la figura A se observa la respuesta del material piezoeléctrico a frecuencias bajas (9.46Hz), observando una señal sub-amortiguada con 20mV de amplitud.

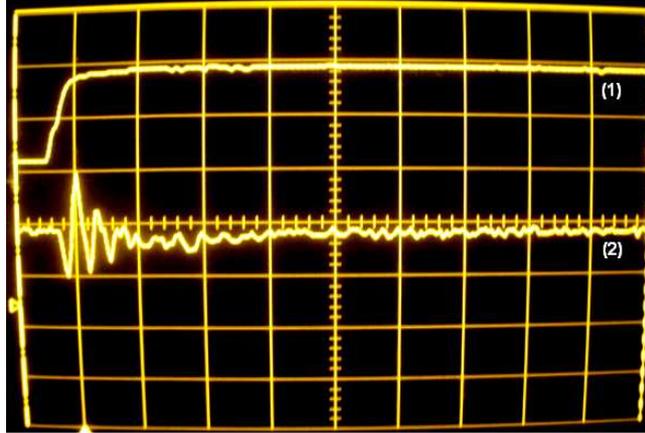
En la figura B se observa la respuesta del material piezoeléctrico cuando entra en resonancia a frecuencias bajas, alcanzando un máximo en amplitud de 200mV, es decir 61.9mV mas que la respuesta del óxido de zinc crecido sobre silicio. También se observa que por cada estímulo enviado sobre la película delgada, existe una respuesta inmediata del dispositivo piezoeléctrico.

B) <u>En resonancia (Toma 1)</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=2us/div	T_2=2us/div
Amp_1= 2.00V/div	Amp_2=100mV/div
Freq_1= 280.14 KHz	Amp_2_pico=200mV
Amp_1_pico= 3.34V	
Sonoridad=115dB	



C) <u>En resonancia (Toma 2)</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=0.2us/div	T_2=0.2us/div
Amp_1= 2.00V/div	Amp_2=100mV/div
Freq_1= 280.261 KHz	Amp_2_pico=200mV
Amp_1_pico= 3.34V	
Sonoridad=115dB	

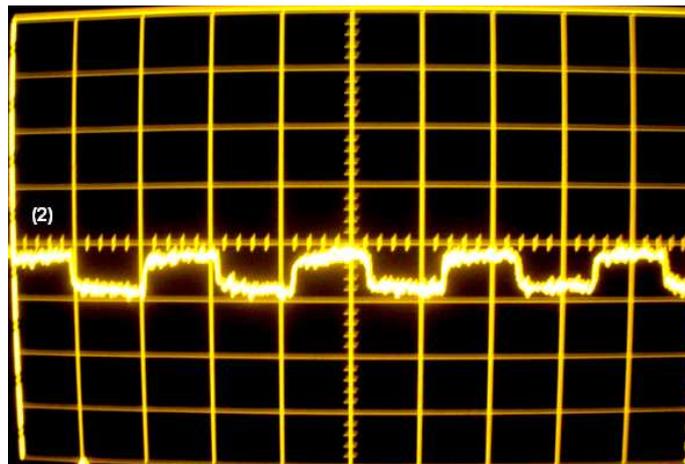
En las figuras B y C se observa la señal de respuesta sub-amortiguada del dispositivo piezoeléctrico con una amplitud de 200mV. El tiempo de estabilización aproximado es $t_s \approx 0.6\mu s$, es decir 0.1us menos que el tiempo de estabilización de la película delgada de óxido de zinc crecida sobre silicio. De igual manera la señal obtenida es una señal limpia y medible.



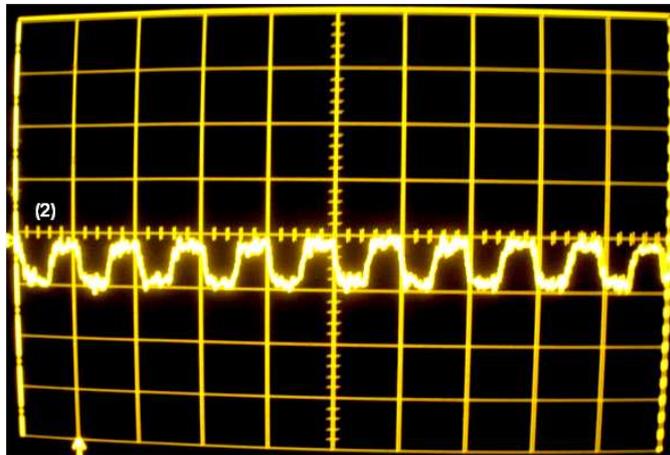
D) Envío de tren de pulsos usando
el generador de señales
con frecuencia alta (KHz)

Rta Piezo (2)

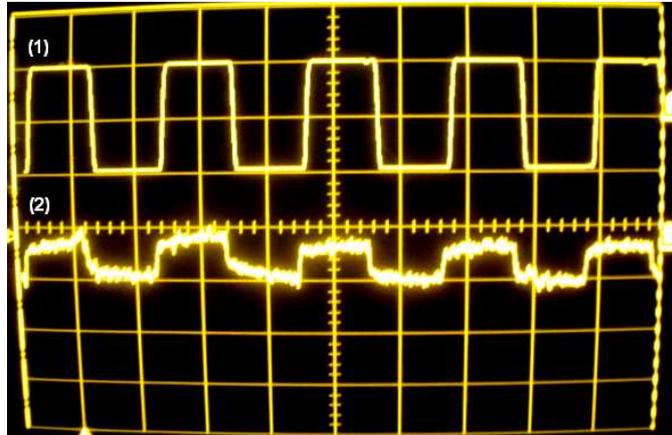
Señal enviada con	T_2= 2us/div
Generador:	Amp_2 =25.0mV/div
Freq_1= 233.49KHz	Amp_2_pico=25.0mV



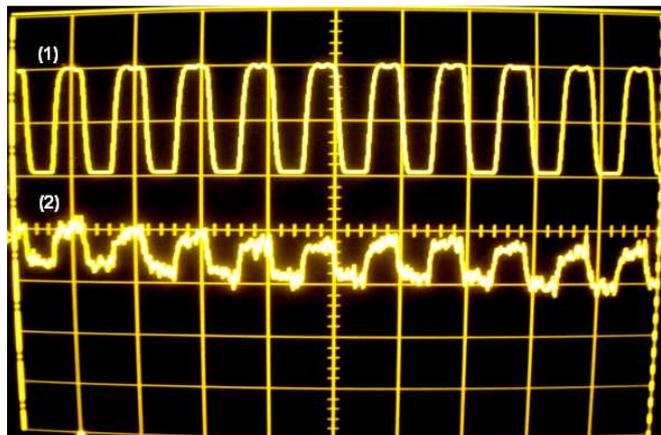
E) Envío de tren de pulsos usando	
el generador de señales	
con frecuencia alta (MHz)	
<i>Rta Piezo (2)</i>	
Señal enviada con	T_2= 1us/div
Generador:	Amp_2 = 20.0mV/div
Freq_1= 1.02MHz	Amp_2_pico = 20.0mV



DD) Envío de tren de pulsos usando	
el generador de señales	
con frecuencia alta (KHz)	
(Correspondiente señal enviada)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=2us/div	T_2=2us/div
Amp_1= 5.8V/div	Amp_2=25mV/div
Freq_1= 233.45 KHz	Amp_2_pico=25mV
Amp_1_pico= 11.25V	Freq_2=232.11KHz



EE) Envío de tren de pulsos usando el generador de señales con frecuencia alta (MHz) (Correspondiente señal enviada)	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
T ₁ =1us/div	T ₂ =2us/div
Amp ₁ = 5.8V/div	Amp ₂ =20mV/div
Freq ₁ = 1.05MHz	Amp _{2_pico} =20mV
Amp _{1_pico} = 11.19V	Freq ₂ =1.1MHz

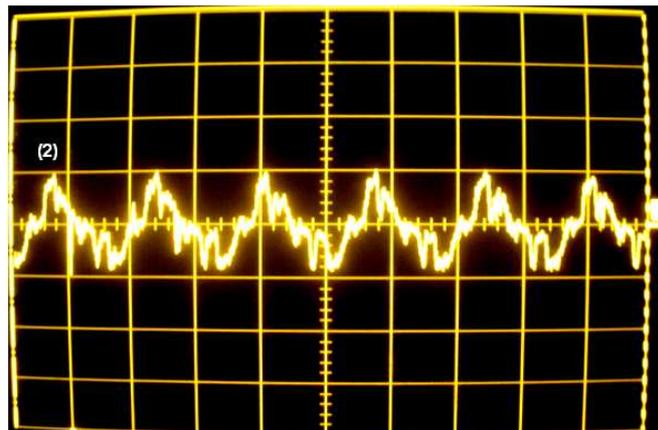


En las figuras D y E se observa la respuesta del material piezoeléctrico a frecuencias de KHz y MHz. En éstas se aprecia claramente el tren de pulsos respectivo, generado por la película delgada, con amplitudes de 25mV y 20mV respectivamente lo cual corrobora una vez más el hecho de que al aumentar la frecuencia de la señal de estímulo enviada sobre la película delgada, la amplitud disminuye (Aplicación como filtro pasa bajos). Obsérvese además que la respuesta a frecuencias del orden de KHz y MHz para el sustrato de cuarzo es un poco más limpia con respecto la película delgada crecida sobre silicio como se observa en las figuras DD y EE, sin embargo posee una amplitud menor. La respuesta del dispositivo piezoeléctrico sigue siendo equivalente, respecto al estímulo enviado, además no se observan pérdidas en amplitud al observar las dos señales de manera simultánea como si sucede en la película delgada crecida sobre silicio, y no hay una distorsión en la señal.

Lo anterior puede ser atribuido a la estructura cristalina de los sustratos utilizados. Mientras el cuarzo utilizado posee una estructura cristalina hexagonal (Como la del Óxido de Zinc), el silicio posee una estructura cúbica, lo cual se evidencia en la diferencia de resultados mostrados anteriormente, ya que en el cuarzo se esperaría una mejor probabilidad de deposición y ensamble del ZnO, con respecto al silicio, sin embargo al hablar de dispositivo compacto, se esperaría una mayor probabilidad de ensamble del silicio ya que la electrónica actual se encuentra hecha con base en silicio. Es importante mencionar que a la hora de hacer reproducible la fabricación de un dispositivo basado en una película delgada como material piezoeléctrico activo, es necesario estudiar el tipo de aplicación y el costo. Un sustrato de cuarzo con las mismas dimensiones de un sustrato de silicio cuesta alrededor de \$15 US dólares americanos, mientras que uno de silicio cuesta alrededor de \$7 dólares americanos y si el problema es de amplitud, sería más viable hacer un crecimiento sobre silicio y amplificar la señal, pero si se quiera mayor limpieza de la señal a altas frecuencias, lo mejor es hacer un crecimiento

sobre cuarzo, además que dependiendo de la aplicación es necesario considerar el punto de fusión del cuarzo (1610°C) y del silicio (1410°C).

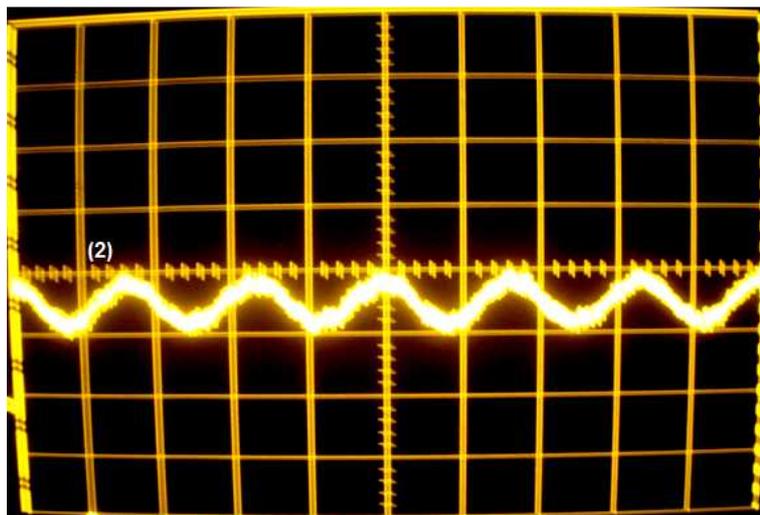
F) Envolvente	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
SOLO PIEZO CONECTADO	T_2 = 10ms/div
ENVIA UNA SENAL AC	Amp_2=130mV/div
	Freq_2= 0.3KHz
	Amp_2_pico=260mV



En la figura F se observa la envolvente, dentro de la cual se hace visible la respuesta piezoeléctrica del material dependiendo de la frecuencia y amplitud de excitación según sea el caso, lo cual demuestra la predisposición piezoeléctrica del material activo (ZnO) crecido en película delgada.

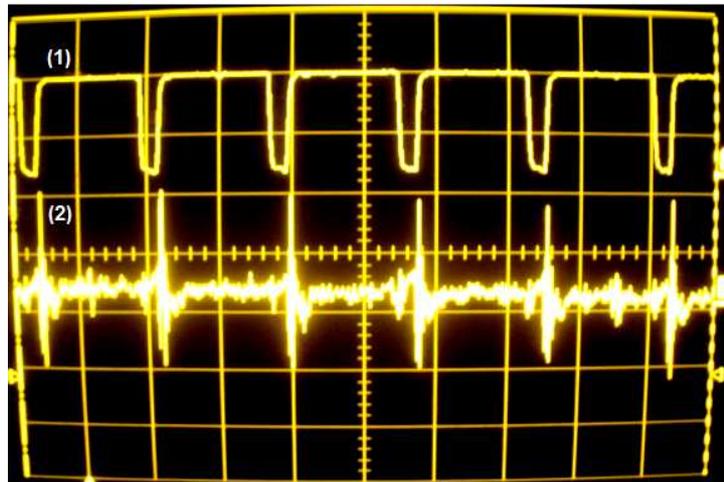
5.6.3 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / Si (100) (2hr) RECOCIDO 900⁰C (1hr) SEGÚN RAMPA

A) <u>Envolvente</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
Solo Piezo Conectado	T_2= 10ms/div
Sin enviar señal	Amp_2= 32.0mV/div
	Amp_2_pico= 32mV
	Freq_2= 1.7KHz



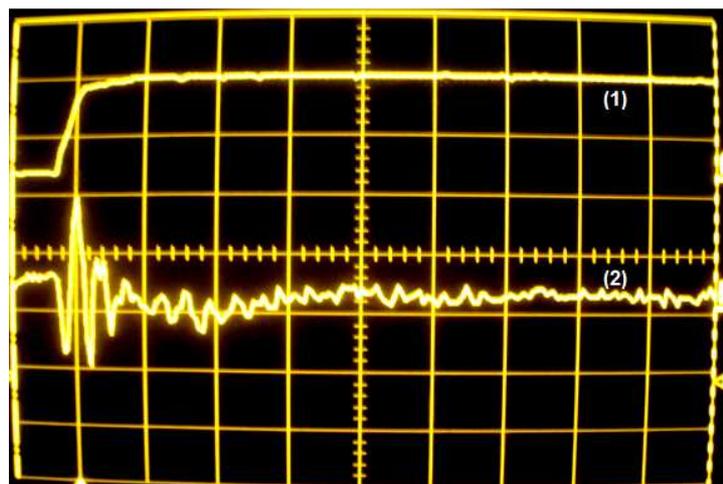
En la figura A se observa la envolvente, dentro de la cual se hace visible la respuesta piezoeléctrica del material dependiendo de la frecuencia y amplitud de excitación según sea el caso, lo cual demuestra la predisposición piezoeléctrica del material activo (ZnO) crecido en película delgada.

B) En Resonancia (Toma1)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=2us/div	T_2= 2us/div
Amp_1= 2.12V/div	Amp_2= 17.0mV/div
Freq_1= 280.188KHz	Amp_2_pico= 51.0mV
Amp_1_Pico 3.40V	
Sonoridad = 115dB	

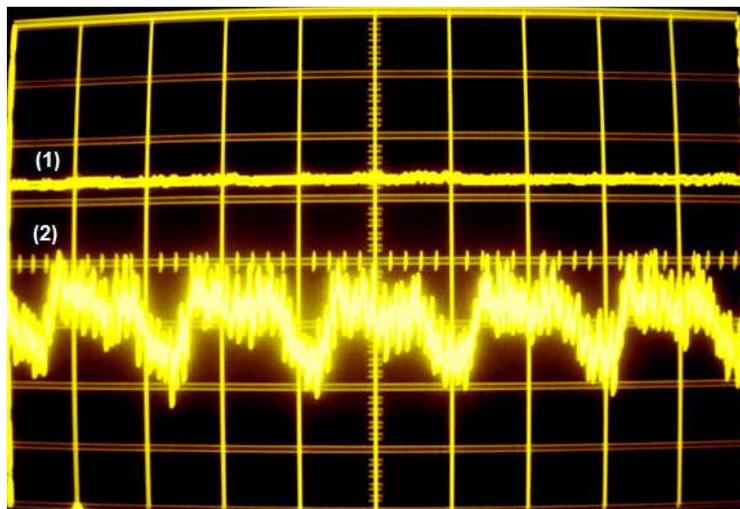


C) En Resonancia (Toma 2)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=0.2us/div	T_2= 0.2us/div
Amp_1= 2.12V/div	Amp_2= 17.0mV/div
Freq_1= 280.188KHz	Amp_2_pico= 51mV
Amp_1_Pico 3.40V	
Sonoridad = 115dB	

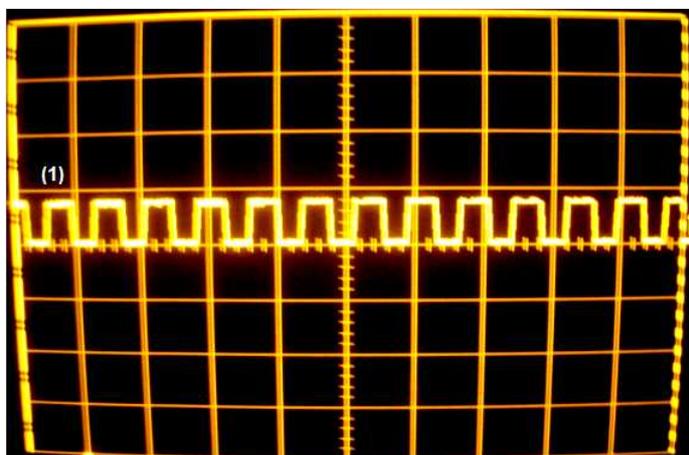
En las figuras B y C se observa la señal de respuesta sub-amortiguada del dispositivo piezoeléctrico con una amplitud de 51mV. El tiempo de estabilización aproximado es $t_s \approx 0.8\mu s$, es decir 0.1 μs mas que el tiempo de estabilización para la película delgada de óxido de zinc crecida sobre silicio (1 hora) y 0.2 μs mas que el tiempo de estabilización para la película delgada de óxido de zinc crecida sobre cuarzo (1 hora). De igual manera la señal obtenida es una señal limpia y medible, sin embargo la amplitud es considerablemente menor (149mV menos) que la respuesta equivalente para la película delgada de óxido de zinc crecida sobre cuarzo con un tiempo de deposición de 1 hora, y 87mV menos que la respuesta equivalente crecida sobre silicio con un tiempo de deposición de 1 hora. Esta respuesta en magnitud se debe a que al hacer películas delgadas de ZnO con un tiempo de crecimiento de 2 horas, como se vio en la sección de caracterización eléctrica, la resistencia eléctrica de las películas delgadas disminuye cuando aumenta la temperatura, y la temperatura aumenta entre mayor sea el tiempo de crecimiento, sin embargo la limpieza de la señal obtenida no se ve afectada, con respecto a las películas delgadas en las cuales el tiempo de crecimiento corresponde a 1 hora.



D1) Respuesta a Frecuencias Bajas (Respuesta del Piezo)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
	T_2= 0.2ms/div
Freq_1= 6.54Hz	Amp_2= 15.0mV/div
Sonoridad = 115dB	Amp_2_pico= 30mV

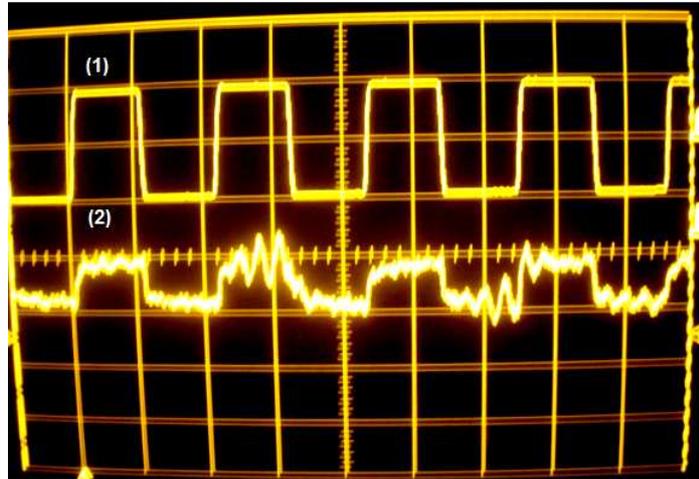


D2) Respuesta a Frecuencias Bajas (Señal Enviada)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=0.2us/div	D1)
Amp_1= 2.12V/div	
Freq_1= 6.54Hz	
Amp_1_Pico 3.40V	
Sonoridad = 115dB	

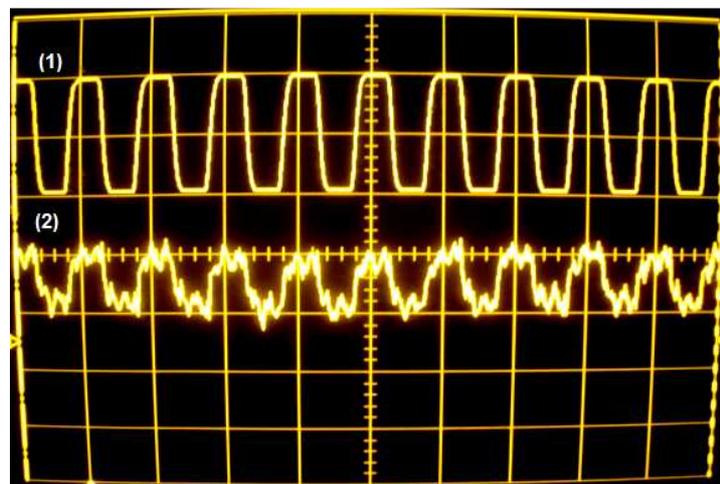


En la figura D1 se observa la respuesta del dispositivo piezoeléctrico a frecuencias bajas (6.54Hz). La señal enviada se observa en la figura D2 en donde por cada 10 periodos de señal enviada (Flanco descendente Figura D1), existen aproximadamente 5 pulsos de respuesta del material piezoeléctrico, con una amplitud aproximada de 30mV.

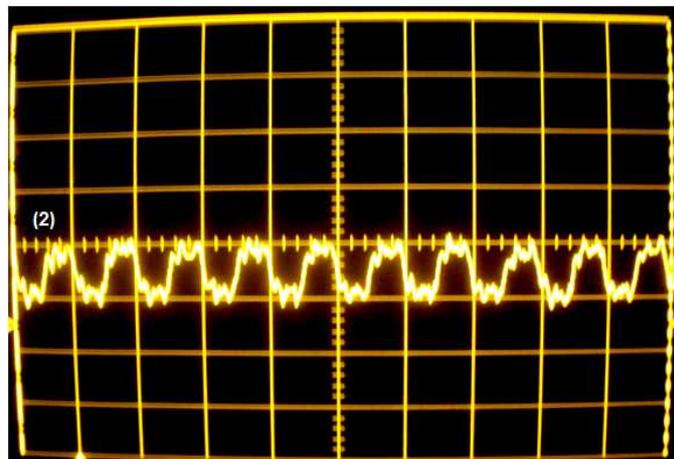
EE. <u>Respuesta a Frecuencias Altas (KHz)</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=2us/div	T_2= 2us/div
Amp_1= 5.3V/div	Amp_2= 23.0mV/div
Freq_1= 233.42KHz	Amp_2_pico= 23.0mV
Amp_1_Pico 10.00V	Freq_2= 233.54KHz



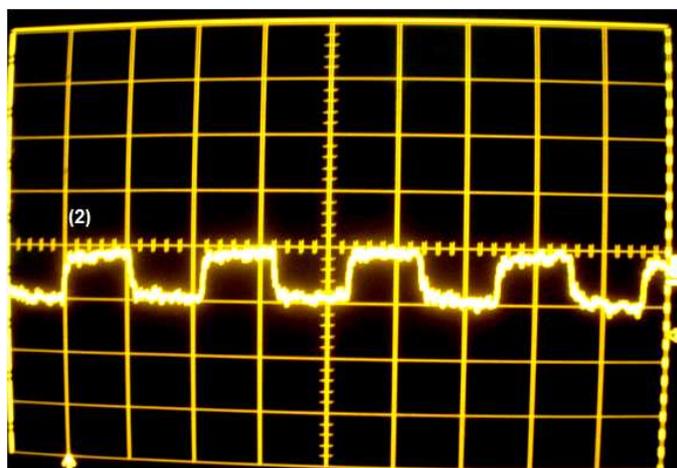
FF. <u>Respuesta a Frecuencias Altas (MHz)</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=1us/div	T_2= 1us/div
Amp_1= 5.3V/div	Amp_2= 18.0mV/div
Freq_1= 1.01MHz	Amp_2_pico= 18mV
Amp_1_Pico 10.00V	Freq_2= 1.06MHz



F. Respuesta a Frecuencias Altas (MHz)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
	T_2= 1us/div
Generador envía	Amp_2= 20.5mV/div
Tren de pulsos:	Amp_2_pico= 20.5mV
Freq_1= 1.012MHz	Freq_2= 1.011MHz



E. Respuesta a Frecuencias Altas (KHz)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
	T_2= 2us/div
Generador envía	Amp_2= 23.0mV/div
Tren de pulsos:	Amp_2_pico= 23.0mV
Freq_1= 233.49KHz	Freq_2= 235.575KHz

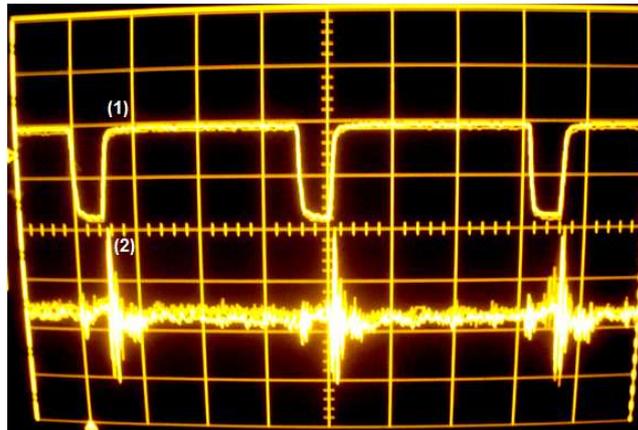


En las figuras EE y FF se observa la señal enviada en KHz y MHz respectivamente, y de manera simultánea la respuesta del material piezoeléctrico. Se observa una respuesta inmediata del piezo con respecto a la frecuencia de la señal de estímulo, en donde al igual que en la película delgada de ZnO crecida sobre silicio (1 hora), se observa una distorsión en la señal y una pérdida en amplitud de 5mV aproximadamente con respecto a las figuras E y F, en las cuales se envía la misma señal de estímulo sobre la película delgada, (Correspondiente a las tablas EE y FF respectivamente) pero solo se observa la señal de respuesta del material piezoeléctrico. Se corrobora por tercera vez la disminución en amplitud de la señal del piezo al aumentar la frecuencia de KHz a MHz, en este caso de aproximadamente 2.5mV, una disminución en amplitud de la señal de respuesta del piezo a frecuencias de KHz y MHz de:

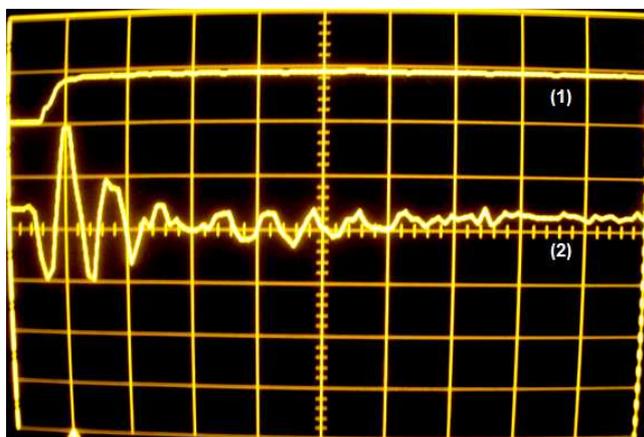
- 69.5mV con respecto al silicio (1 hora) respuesta en KHz.
- 67mV con respecto al silicio (1 hora) respuesta en MHz.
- 4.5 mV con respecto al cuarzo (1 hora) respuesta en KHz.
- 3mV con respecto al Cuarzo (1 hora) respuesta en MHz.

5.6.4 RESULTADOS FSS Y GENERADOR EN OSCILOSCOPIO PARA PELÍCULA DELGADA DE ZnO / SiO₂ (x-cut) (2hr) RECOCIDO 900⁰C (1hr) SEGÚN RAMPA

A) En Resonancia (Toma1)	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
T_1=1us/div	T_2= 1us/div
Amp_1= 2.00V/div	Amp_2= 21.0mV/div
Freq_1= 280.183KHz	Amp_2_pico= 62mV
Amp_1_Pico 3.40V	
Sonoridad = 115dB	

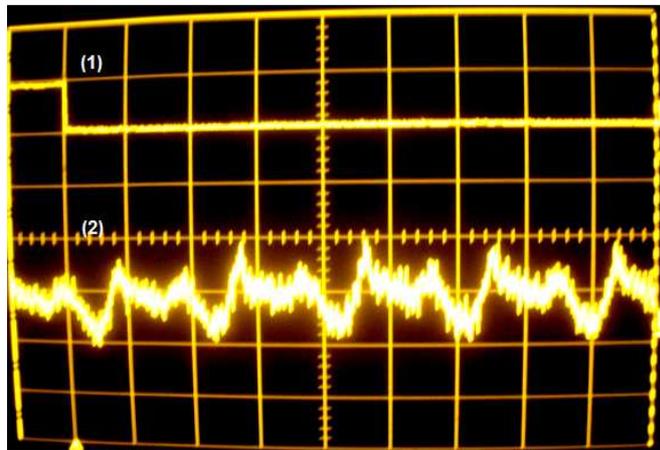


B) En Resonancia (Toma 2)	
Señal Enviada (1)	Rta Piezo (2)
T_1=0.2us/div	T_2= 0.1us/div
Amp_1= 4.00V/div	Amp_2= 21.0mV/div
Freq_1= 280.183KHz	Amp_2_pico= 63mV
Amp_1_Pico 3.40V	
Sonoridad = 115dB	



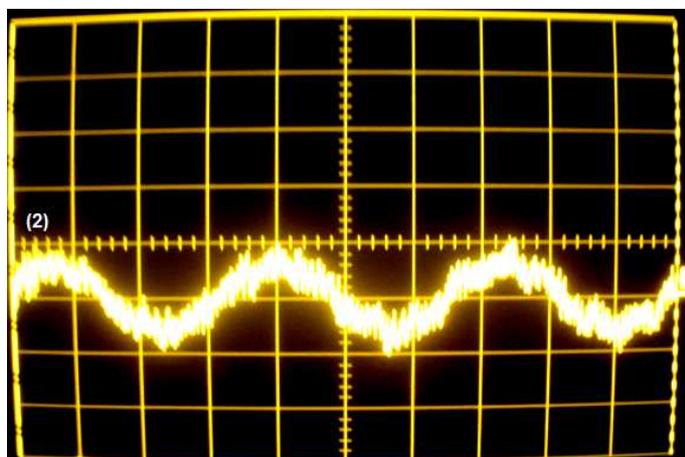
En las figuras A y B se observa la respuesta del material piezoeléctrico en resonancia. La señal de respuesta obtenida al igual que en los tres casos anteriores es sub-amortiguada, con un tiempo de estabilización $t_s \approx 0.7\mu s$, y al comparar las 4 pruebas hechas durante toda la sección de caracterización piezoeléctrica se observan tiempos de estabilización ubicados entre 0.6 y 0.8 μs . La señal posee una amplitud pico de 63mV, es decir 137mV menos que la película delgada crecida sobre cuarzo con un tiempo de crecimiento de 1 hora, 71.1mV menos que la película delgada crecida sobre silicio con un tiempo de crecimiento de 1 hora y 12mV mas que la película delgada de ZnO sobre silicio con un tiempo de crecimiento de 2 horas. Se observa una disminución de la amplitud en la señal de respuesta piezoeléctrica del material, debida a la disminución de la resistencia eléctrica como resultado del aumento en la temperatura, debido al aumento del tiempo de crecimiento en la fabricación de las películas delgadas de ZnO sobre cuarzo y silicio.

C) <u>Respuesta a Frecuencias Bajas</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=0.5ms/div	T_2= 0.2ms/div
Amp_1= 4.00V/div	Amp_2= 28.0mV/div
Freq_1= 6.53Hz	Amp_2_pico= 56mV
Amp_1_Pico 3.50V	
Sonoridad = 115dB	



En la figura C se muestra la respuesta del dispositivo piezoeléctrico a una frecuencia de 6.53 Hz. En ésta se observa la tendencia a alcanzar la frecuencia de resonancia con una amplitud pico de 56mV, en donde para 8 periodos de la señal de estímulo (Flanco descendente), existen 4 pulsos de respuesta de la película delgada.

D) <u>Envolvente</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
Solo Piezo Conectado	T_2= 5ms/div
Sin enviar señal	Amp_2= 34.0mV/div
	Amp_2_pico= 68mV
	Freq_2= 14.91KHz

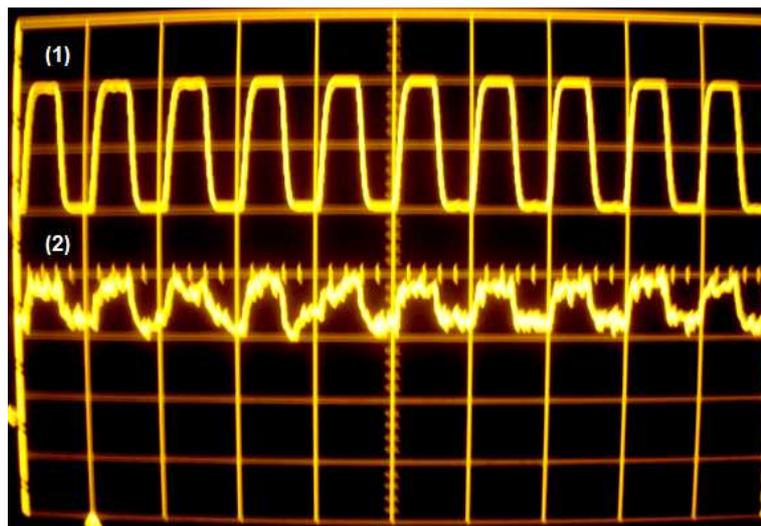


En la figura D se observa la envolvente, dentro de la cual se hace visible la respuesta piezoeléctrica del material dependiendo de la frecuencia y amplitud de excitación según sea el caso, lo cual demuestra la predisposición piezoeléctrica del material activo (ZnO) crecido en película delgada.

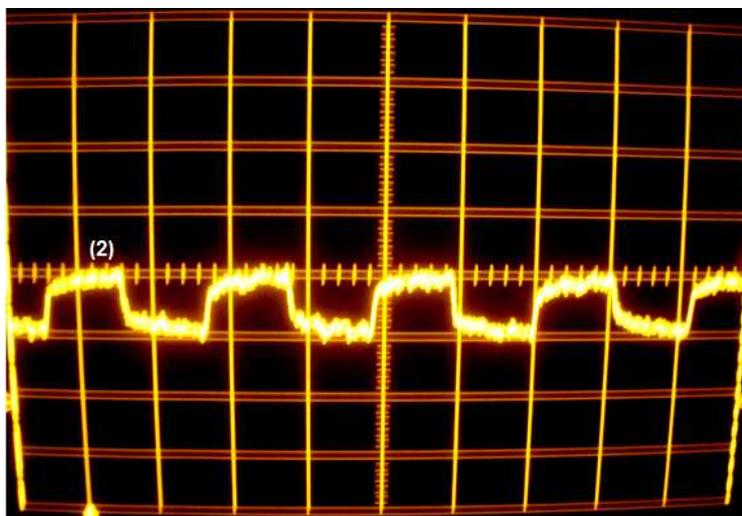
EE. <u>Respuesta a Frecuencias Altas (KHz)</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=2us/div	T_2= 2us/div
Amp_1= 5.3V/div	Amp_2= 23.5mV/div
Freq_1= 233.698KHz	Amp_2_pico= 23.5mV
Amp_1_Pico 10.16V	Freq_2= 233.716KHz



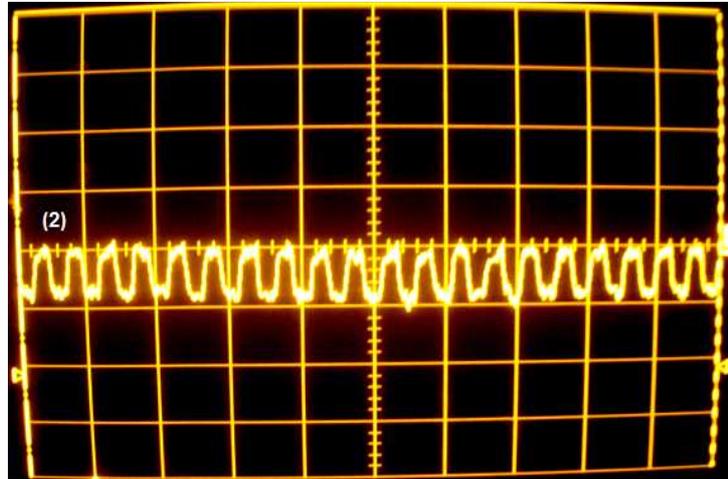
FF. <u>Respuesta a Frecuencias Altas (MHz)</u>	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
T_1=1us/div	T_2= 1us/div
Amp_1= 5.3V/div	Amp_2= 21.0mV/div
Freq_1= 1.01MHz	Amp_2_pico= 21mV
Amp_1_Pico 10.31V	Freq_2= 1.03MHz



E. Respuesta a Frecuencias Altas (KHz)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
	T_2= 2us/div
Generador envía	Amp_2= 23.5mV/div
Tren de pulsos:	Amp_2_pico= 23.5mV
Freq_1= 232.11KHz	Freq_2= 234.252KHz



F. Respuesta a Frecuencias Altas (MHz)	
<i>Señal Enviada (1)</i>	<i>Rta Piezo (2)</i>
	T_2= 2us/div
Generador envía	Amp_2= 21.0mV/div
Tren de pulsos:	Amp_2_pico= 21mV
Freq_1= 1.027MHz	Freq_2= 1.014MHz



En las figuras EE y FF se observa la respuesta del material piezoeléctrico para frecuencias de excitación en KHz y MHz, como lo muestran sus respectivas tablas de información. Se observa una respuesta inmediata del dispositivo piezoeléctrico respecto a la frecuencia de la señal de estímulo, con amplitudes de 23.5mV para respuesta en KHz y 21mV para respuesta en MHz, además se observa una mayor distorsión en la señal de respuesta del piezo al ser estudiada de manera simultánea con la señal de estímulo, respecto a la película delgada de ZnO crecida sobre cuarzo con un tiempo de crecimiento de 1 hora. Lo anterior es de esperarse ya que para pequeña señal se requiere que la impedancia a la entrada del dispositivo de medida sea alta debido a que la corriente manejada es muy pequeña, y es por ésta razón que en todas las medidas de respuesta en KHz y MHz se muestra la respuesta simultánea con la señal de estímulo, y únicamente la señal del piezo, con iguales parámetros de señal enviada sobre la superficie de la película delgada.

En todas las películas delgadas analizadas se corrobora la potencialidad del Óxido de Zinc (ZnO) crecido en película delgada como sensor de ultrasonido, como filtro pasa bajas o como un piezo-transductor, que arroja una señal de voltaje AC limpia y medible (Del orden de mili-voltios) dentro de una envolvente, la cual cambia en tipo y amplitud de respuesta, dependiendo de la frecuencia de excitación y del sustrato utilizado, provocando una respuesta del material debido a la polarización del mismo, como consecuencia de una distorsión en la red cristalina del material.

Además se obtienen mejores resultados si a respuesta piezoeléctrica se refiere en las películas delgadas fabricadas con un tiempo de crecimiento de 1 hora, debido a que en éstas la resistencia eléctrica es más alta, ya que no se alcanzan valores de temperatura mayores respecto a las películas delgadas fabricadas con tiempos de crecimiento mayores a 1 hora, encontrando un material crecido en película delgada con grandes posibilidades de aplicación tecnológica.

5.7 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Se hizo caracterización mediante espectroscopia infrarroja por transformada de fourier (FTIR) al óxido de zinc (ZnO) en polvo con una pureza del 99.9% utilizado en la elaboración del blanco, y a películas delgadas de ZnO crecidas sobre vidrio, considerando un tiempo de crecimiento de una hora sin recocido, y dos horas con recocido según la rampa mostrada en la figura 5.23.

El rango considerado para número de onda en (cm^{-1}) esta entre 400 y 4000 cm^{-1} , y el equipo y software utilizados para la toma de los infrarrojos se muestran en la figura 5.38.



Figura 5.38 Thermo Nicolet IR-200 y software Thermo Electron Corporation 1992 – 2003 EZ OMNIC versión 6.2.

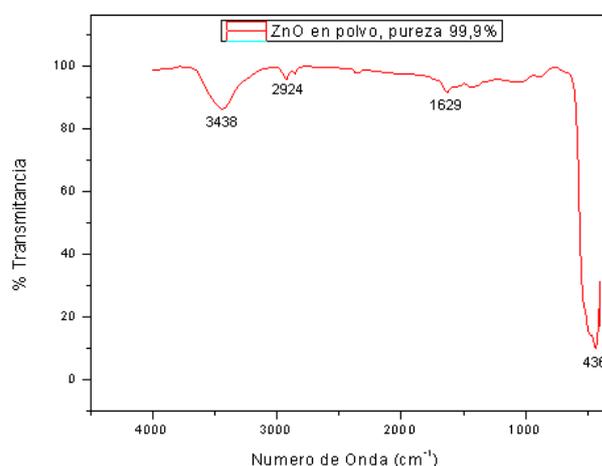


Figura 5.39 FTIR de ZnO en polvo con pureza del 99.9%

En la figura 5.39 se observan cuatro picos, en los cuales se identifican los correspondientes números de onda. El pico cuyo número de onda corresponde a 3438 cm^{-1} se atribuye a modos de vibración (*Stretching vibration*) de los grupos hidroxilos (O-H), el pico con número de onda 2924 cm^{-1} se atribuye a modos de vibración de los grupos carbono- hidrógeno, específicamente (CH_2), los picos ubicados entre 1400 y 1700 cm^{-1} , en éste caso 1629 cm^{-1} corresponde a la combinación de grupos $\text{C}=\text{O}$ y la estructura resonante $>\text{N}^+=\text{C}-\text{O}^-$ y finalmente el pico con mayor intensidad, identificado con un número de onda 436 cm^{-1} se atribuye a modos de vibración del Zn-O [24], con lo cual se corrobora que el

material en polvo utilizado para la posterior elaboración del blanco mostrada en la sección 5.1 es óxido de zinc ZnO.

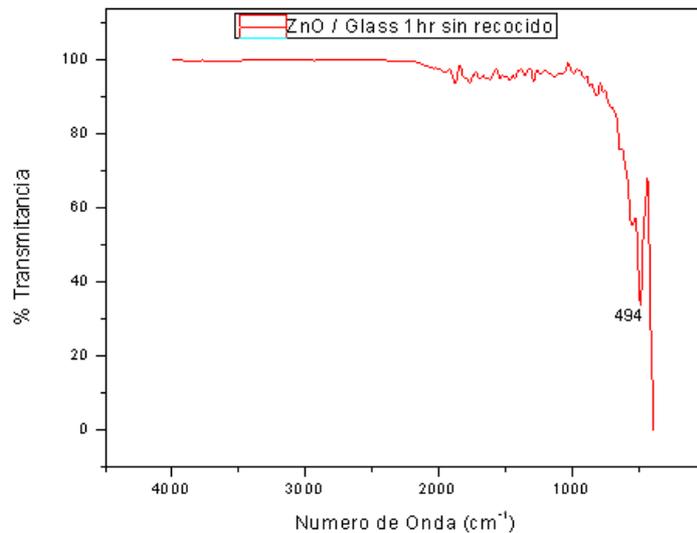


Figura 5.40 FTIR de película delgada de ZnO crecida sobre vidrio, con un tiempo de crecimiento de 1 hora y sin recocido.

En la figura 5.40 se observa el pico ubicado entre 460 cm^{-1} y 500 cm^{-1} , específicamente de 494 cm^{-1} , correspondiente a modos de vibración del óxido de zinc (Zn-O), con lo cual se corrobora mediante el análisis por FTIR la presencia del ZnO en las películas delgadas fabricadas. También se observa entre 1400 y 1700 cm^{-1} los correspondientes modos de vibración, atribuidos a la combinación de grupos C=O y la estructura resonante $>\text{N}^+=\text{C}-\text{O}^-$.

En la siguiente figura 5.41, se observa un FTIR hecho para una película delgada de ZnO crecida sobre vidrio y recocida a 400°C según la rampa mostrada en la figura 5.23. Como se esperaba, la intensidad de los picos atribuidos a la

combinación de grupos C=O y la estructura resonante $>N^+=C-O^-$, disminuyen su intensidad, al igual que el pico atribuido a modos de vibración del óxido de zinc, el cual además disminuye en ancho. También se observa un corrimiento de dicho pico que se ubica a 510 cm^{-1} , debido a que al someter la película delgada al proceso de recocido, se espera una disminución del ancho del pico, con lo cual se espera obtener una mejora en la orientación preferencial (001) de crecimiento o en el eje c, mientras que la disminución de la intensidad del mismo se atribuye al aumento en el tiempo de crecimiento, lo cual aumenta la temperatura, y dificulta el crecimiento orientado de las películas delgadas, lo que para intereses de obtención de respuesta piezoeléctrica es desfavorable, como se corroboró en las secciones de caracterización eléctrica y de respuesta piezoeléctrica para películas delgadas con un tiempo de crecimiento mayor a 1 hora [12],[20].

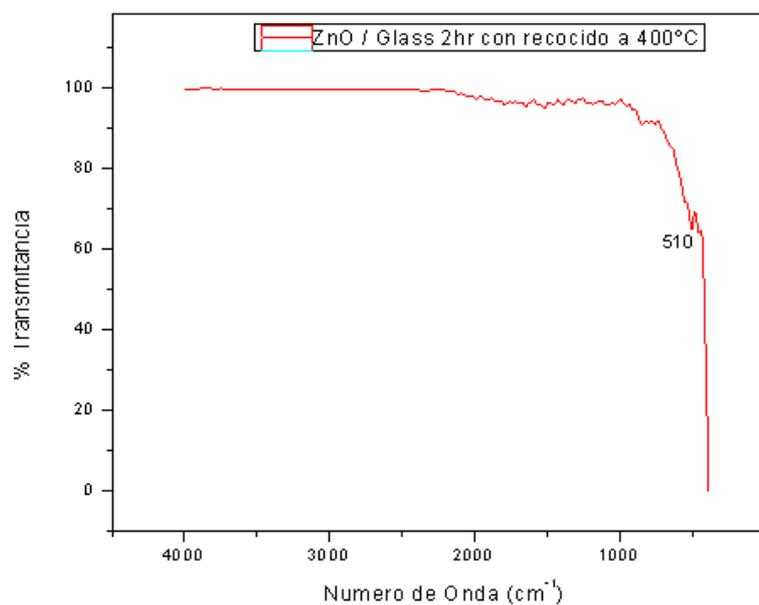


Figura 5.41 FTIR de película delgada de ZnO crecida sobre vidrio, con un tiempo de crecimiento de 1 hora, con recocido 400°C.

6. CONCLUSIONES

1. Se diseño y fabrico un blanco de óxido de zinc partiendo del ZnO en polvo, con una pureza del 99.9%, mediante procesos de prensado y sinterización del cuerpo en verde, obteniendo un target con alta resistencia eléctrica (1.6 M Ω), pero sin llegar a valores de resistencia extremos en el blanco (100 M Ω o mas), que no permitiese crecer películas delgadas, debido a que se reflejaría toda la potencia enviada desde la fuente RF hacia la cámara, sobre la misma.
2. Se hizo el acondicionamiento del sistema magnetrón sputtering RF de 13.56MHz BAE 250, en el laboratorio de física de bajas temperaturas Edgar Holguín de la universidad del cauca, encendiendo el plasma hasta con 1W de potencia enviada 0W reflejados y 100W de potencia enviada 2W reflejados, generando una solución específica a un problema puntual, evitando daños en la fuente de radiofrecuencia RFX-600A, por exceso de potencia reflejada sobre la misma.
3. Se fabricaron películas delgadas de óxido de zinc utilizando sustratos de cuarzo, silicio y vidrio, de alta calidad, obteniendo propiedades piezoeléctricas en las películas delgadas fabricadas, verificando la efectividad de la técnica sputtering RF para la fabricación de películas delgadas de alta calidad.
4. Se construyo un sistema variador de frecuencia para caracterización de películas delgadas piezoeléctricas (FSS Frequency Selector System) utilizando seis softwares diferentes, ofreciendo una solución de caracterización de películas delgadas piezoeléctricas, ya que mediante la emisión de una señal con amplitud constante y con el rango de frecuencia ya mencionado, o con la introducción de la señal amplificada a manera de voltaje sobre la película, se

brindan dos posibilidades de estimular una respuesta en el material piezoeléctrico activo a analizar, ya sea como voltaje o como deformación.

5. Se diseñó e implementó un sistema estable y funcional, que genera bajo consumo de energía al trabajar con voltajes pequeños y corrientes del orden de miliamperios y que puede variar frecuencia en un rango entre 0 y 13.84KHz, sobrepasando el valor inicial de diseño propuesto de 10KHz, brindando la posibilidad de aumentar en amplitud la señal de salida representada en un voltaje desde 3.4V hasta 40V.
6. Se hizo el diseño y la implementación de una etapa de realimentación, que pudo ser simulada, implementada y verificada como elemento funcional dentro del FSS.
7. Se complementó la caracterización piezoeléctrica de películas delgadas de ZnO crecidas sobre cuarzo y silicio, usando el FSS y el generador de señales *MXG – 9802 METEX With Frequency Counter*, observando respuesta piezoeléctrica en forma de señal de voltaje AC limpia, medible y del orden de mV.
8. Se encontró distinta respuesta piezoeléctrica de películas delgadas de ZnO crecidas sobre silicio y cuarzo, a frecuencias de excitación de Hz, KHz y MHz.
9. Se hizo caracterización eléctrica de películas delgadas de ZnO crecidas sobre vidrio, utilizando el método de vander pauw, los equipos del laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca y programas hechos en el software Labview 8.0, obteniendo excelentes resultados, ya que a temperatura ambiente se obtuvieron lecturas de resistencia superiores a

212M Ω (Obteniendo valores de resistencia eléctrica del orden reportado en la literatura para el Óxido de Zinc 10⁶ Ω), valor límite de medida de resistencia de la fuente Keithley 2400.

10. Se hicieron medidas de R Vs T aumentando la temperatura usando el controlador de temperatura Lakeshore 330, considerando un rango entre 320K a 380K (47⁰C hasta 107⁰C), valor máximo de temperatura permitido antes de malograr el material calefactor (Manganina) del equipo utilizado.
11. Se corrobora el comportamiento esperado de la película delgada, al ser comparado con el reportado en la literatura, (sección 5.5.1), es decir, al aumentar la temperatura disminuye la resistencia, ya al ser el Óxido de Zinc un semiconductor (Se comporta con conductor o como aislante dependiendo de la temperatura) es decir, que al aumentar la temperatura se disminuye el gap en el ZnO o energía necesaria para pasar electrones de la banda de valencia a la banda de conducción, aumentando la conductividad del material, disminuyendo la resistividad del mismo y por ende su resistencia eléctrica.
12. Se hicieron medidas de V Vs I, a 8 valores de temperatura constante, y variando la corriente aplicada sobre la película delgada de ZnO sobre vidrio, desde 0nA con incremento de 5nA, hasta 300nA, corriente a la cual se satura el sistema debido a la alta resistencia de las películas delgadas, con un tiempo de retardo en la toma de datos de 3 segundos. Se corrobora el comportamiento óhmico (Cumplen la ley de Ohm $RI=V$) de las películas delgadas de ZnO, y los valores de saturación del voltaje de la fuente debido a la alta resistencia de las anteriores, además de apreciarse un corrimiento del voltaje de saturación al

aumentar la temperatura, debido a la disminución de la resistencia en las películas delgadas, obteniendo los resultados esperados.

13. Se observa que a la temperatura $T=340.0\text{K}$, existe un salto en voltaje desde aproximadamente 100mV hasta 250mV es decir de 150mV , en el rango en el cual se aplican corrientes desde aproximadamente 12nA hasta 17nA , permitiendo el mayor valor de corriente aplicada a la película delgada de todas las curvas obtenidas antes de tender a saturarse ($\sim 23\text{nA}$).
14. En las otras 7 curvas de caracterización V Vs I se observa un comportamiento óhmico, en donde los valores de voltaje negativos en la curva para una temperatura $T=330.0\text{K}$ obedecen a que se llega al límite permitido de medida de la resistencia por la fuente Keithley 2400 (A menor temperatura la resistencia aumenta, es decir la conductividad en las películas delgadas es menor en el rango entre 0nA y 5nA), lo cual se ve evidenciado en los valores de voltaje observados en dicha curva, además de que el voltaje de saturación es menor (Aproximadamente 200mV dado a 18nA), mientras que el voltaje de saturación para la curva correspondiente a una temperatura de $T=379.5\text{K}$ es de aproximadamente 480mV .
15. Se cumple un objetivo principal, el de obtener películas delgadas con alta resistencia eléctrica (Mayor a $212\text{M}\Omega$ a temperatura ambiente), para obtener voltajes medibles a corrientes muy pequeñas, ya que los valores de corriente aplicados son del orden de nano amperios (nA), y la respuesta en voltaje medido sobre la película es del orden de mili voltios.
16. Se hicieron medidas de resistencia con la fuente Keithley 2400 en modalidad de Óhmetro, a temperatura ambiente para todas las películas delgadas de ZnO crecidas sobre vidrio, cuarzo y silicio, obteniendo el resultado OVERFLOW, lo

cual corrobora la obtención de películas delgadas con resistencia eléctrica mayor al valor límite permitido por la fuente de $212M\Omega$.

17. Se corroboró la presencia del óxido de zinc en las películas fabricadas, mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), con lo cual se asegura que se depositó ZnO sobre los sustratos seleccionados, además de apreciarse un corrimiento del pico atribuido a modos de vibración del óxido de zinc y disminución del ancho e intensidad del mismo, con lo cual se favorece una mejora en la orientación preferencial (001) de crecimiento o eje c.
18. Con los resultados obtenidos se corroboró la alta potencialidad del Óxido de Zinc crecido en película delgada, como dispositivo piezoeléctrico capaz de ser implementado en aplicaciones tecnológicas MEMS, ya sea como filtro pasa bajos en un resonador acústico en bloque (FBAR) para ser utilizado en amplificadores de sonido y de ultrasonido de menor tamaño pero con mayor potencia y nitidez, como sensor de ultrasonido, como dispositivo SAW o filtro de onda superficial, o como piezo-transductor entre otras, encontrando una alta posibilidad de uso del silicio como sustrato elegido para la fabricación del dispositivo piezoeléctrico, debido a su bajo costo con respecto al cuarzo y considerando que la tecnología actual está hecha a base de silicio, con lo cual se viabiliza un mejor acople con la tecnología actual.

RECOMENDACIONES

Dentro de las recomendaciones a futuro está la de crecer películas delgadas de ZnO con argón y oxígeno, para estudiar la posibilidad de mejorar el comportamiento del dispositivo piezoeléctrico, sin embargo por la literatura estudiada se ha mejorado dicho comportamiento pero no de manera muy significativa, por lo cual se recomienda más que repetir lo que se ha hecho, ir más allá, con mayor apoyo económico, para establecer la unión entre industria y academia, articulando conocimientos de electrónica y materiales, que permitan la producción de un dispositivo electrónico que sea compacto y funcional.

PARTICIPACIÓN EN EVENTOS CIENTÍFICOS NACIONALES

Presentado en el XXIII Congreso Nacional de Física
Santa Marta, 5 al 9 de Octubre de 2009.

DISEÑO E IMPLEMENTACION DE UN SISTEMA VARIADOR DE FRECUENCIA, PARA CARACTERIZACIÓN DE PELICULAS DELGADAS PIEZOELÉCTRICAS

Diego Salazar Alarcón¹, G.Bolaños¹, C. Quinayás¹, D. Bravo²

¹*Física de Bajas Temperaturas, Universidad del Cauca (FISBATEM), Popayán.*

²*Dinamica Simulación y Control (DSC), Universidad del Cauca, Popayán.*

RESUMEN

El estudio, caracterización y análisis de propiedades piezoeléctricas en películas delgadas de materiales con centro de simetría no definido, son de gran importancia para el desarrollo de innovadoras aplicaciones tecnológicas. En este

trabajo se presenta el diseño e implementación de un sistema variador de frecuencia que permite caracterizar propiedades de materiales piezoeléctricos en forma de película delgada. El sistema suministrará voltajes con frecuencias deseadas en el rango del ultrasonido bajo, de modo que las propiedades piezoeléctricas no se afecten, cambiando la estructura cristalina. El sistema hace uso de un microcontrolador, una ley de control que permite realizar variaciones de frecuencia entre (0 y 10KHz) y otros elementos activos que completan la bucla típica de control, generando una solución específica al reto de caracterización antes mencionado. Para la etapa de diseño y simulación del sistema propuesto, se hace uso de la herramienta computacional ISIS 7.5 y matlab 7.0 para la etapa de diseño y simulación del controlador, que esté acorde con el proceso a controlar, para su respectiva implementación.

Autor correspondiente: diegosalazar@unicauca.edu.co

Sección: Instrumentación y Metrología.

Modalidad: Poster.

En evaluación.

REFERENCIAS

[1] Tena Zaera Ramón, *El Oxido de Zinc: Crecimiento Cristalino mediante Transporte en Fase Gaseosa y Caracterización de Propiedades Físicas, Tesis Doctoral*, Departamento de Física aplicada y Electromagnetismo, Universidad de Valencia, 2004.

- [2] Y.C. Lin *, C.R. Hong, H.A. Chuang, Fabrication and analysis of ZnO thin film bulk acoustic resonators, Department of Mechatronics Engineering, National Changhua University of Education, Changhua 50007, Taiwan, 29 November 2007.
- [3] F. Alton Everest, Master Handbook of Acoustics, MC Graw Hill -Fourth Edition, 2001.
- [4] Raegan Lynn Johnson, Characterization of piezoelectric ZnO thin Films and the fabrication of piezoelectric micro-cantilevers, thesis for the degree of MASTER OF SCIENCE, Iowa State University, Ames - Iowa 2005.
- [5] M.Venugopalan, R. Avni, "Thin Films from free atoms and particles", Edit. Kenneth J. Klabunde, Academic Press, Inc. Orlando. 1985.
- [6] Daniel Cáceres Sánchez, *Estudio de las propiedades mecánicas en monocristales y láminas delgadas de MgO mediante la técnica de nanoindentación Tesis Doctoral*, Departamento de Física de Materiales, Facultad de Ciencias, Universidad Autónoma de Madrid, Madrid Mayo 2002.
- [7] Ing. De León Gutiérrez, Luis Ricardo, Dr. Ortega López, Mauricio, Propiedades ópticas y eléctricas de películas delgadas de ZnO, SnO₂, CdO y sus aleaciones, depositadas por la técnica de Deposito en Baño Químico, Instituto Tecnológico de Tapachula, México.
- [8] E. J. Andrade Campo, H. Aristizabal, J. E. Rodríguez-Páez, *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, Síntesis de ZnO con morfología acicular por el método de precipitación controlada (MPC) y su uso como refuerzo de*

elastómeros, Grupo CYTEMAC-Universidad del Cauca, Popayán Cauca / Colombia 2006.

[9] Dr. Andres Ozols, *Solidos Estructura Cristalina*, 2005.

[10] *STRUCTURE PROPERTY RELATIONS*, Robert E. Newnham, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1975.

[11] Hadis Morkoc, and Umit Ozgur, *Zinc Oxide, Fundamentals, Materials and Device Technology*, Virginia Commonwealth University, Dept. of Electrical Engineering, Richmond, VA USA, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim 2009.

[12] Raegan Lynn Johnson, *Characterization of piezoelectric ZnO thin Films and the fabrication of piezoelectric micro-cantilevers*, thesis for the degree of MASTER OF SCIENCE, Iowa State University, Ames - Iowa 2005.

[13] Eduardo Misael Honoré, Pablo Daniel Mininni, *Estudio del comportamiento de un material piezoeléctrico en un campo eléctrico alterno*, Laboratorio 4- Dpto. de Física -FCEyN- UBA-1996.

[14] W.L. Dang, Y.Q. Fu, J.K. Luo, A.J. Flewitt, W.I. Milne, *Deposition and characterization of sputtered ZnO films*, Electrical Engineering Division, Department of Engineering, University of Cambridge, Cambridge CB3 0FA, United Kingdom, 20 August 2007.

[15] Michel Bruneau. *Fundamentals of Acoustics: Equations of Motion in Non-dissipative Fluid*. First Edition. United States:ISTE Ltd, 2006.p 637.(ISTE USA; No.2006014582) ISBN-10: 1-905209-25-8.

[16] Katsuhiko Ogata. *Sistemas de Control en Tiempo Discreto: Análisis en el plano z de sistemas de control en tiempo discreto*. Segunda Edición. Mexico: Prentice Hall Hispanoamericana S.A, 1996.p 745. (Programas Educativos; no.65) ISBN 968-880-539-4.

[17]

- van der Pauw, L.J. (1958). "A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape" (PDF). Philips Research Reports 13: 1-9.

- van der Pauw, L.J. (1958). "A method of measuring the resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape" (PDF). Philips Technical Review 20: 220-224.

[18] C Quinayás, "*Fabricación y caracterización magnética de películas delgadas de dióxido de vanadio VO₂*", Tesis Ingeniería Física, 2005.

[19] M. Washizu and O. Kurosawa, "*Electrostatic manipulation of DNA in microfabricated structures*", IEEE Transactions on industry applications 26, 1165, (1990).

[20] Ravindra Singh, Mahesh Kumar, Sudhir Chandra, *Growth and characterization of high resistivity c-axis oriented ZnO films on different substrates by RF magnetron sputtering for MEMS applications*, Springer Science+Business Media, LLC 2007.

[21] M K JAYARAJ, ALDRIN ANTONY and MANOJ RAMACHANDRAN, *Transparent conducting zinc oxide thin film prepared by off-axis rf magnetron*

sputtering, Department of Physics, Cochin University of Science and Technology, Kochi 682 022, Indian Academy of Sciences, June 2002.

[22] B.Jaber, D. Remiens, E. Cattan, P. Tronc, B. Thierry, *Characterization of ferroelectric and piezoelectric properties of lead titanate thin films deposited on Si by sputtering*, Laboratoire des Matériaux Avancés Céramiques (LAMAC), Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis ZI champ de l'Abesse, Maubeuge France, Elsevier Sensors and Actuators, March 1997.

[23] Salvador Alcántara I.*, B Susana Soto C, L. Antonio Ortega J. *Facultad Ing. Química BUAP*, Ruth L.Cabañas T. *Centro de Investigaciones en Semiconductores ICUAP*, S. Jesús Pérez R. *CCADT UNAM*, Gregorio Flores C. *Facultad de Ciencias de la Electrónica, Películas de ZnO piezoeléctricas depositadas por Spray Pirolisis US*, ©Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Superficies y Materiales, Superficies y Vacío 21(4) 6-9, diciembre de 2008.

[24] Xiaomeng Sui, *Key Laboratory of Excited State Processes, Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, People's Republic of China, Graduate University of Chinese Academy of Science, Beijing 100049, People's Republic of China*, Yichun Liu, Changlu Shao , Yuxue Liu , Changshan Xu, *Centre for Advanced Optoelectronic Functional Material Research, Northeast Normal University, Changchun 130024, People's Republic of China*, "Structural and photoluminescent properties of ZnO hexagonal nanoprisms synthesized by microemulsion with polyvinyl pyrrolidone served as surfactant and passivant", *Chemical Physics Letters* 424 (2006) 340–344, April 2006.