

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
INGENIERÍA EN ELECTRÓNICA**



**Sistema de control para la realización de nanolitografía
mediante microscopía de fuerza atómica**

Tesis para obtener el grado de:

Ingeniero en Electrónica

Presenta:

Ulises Augusto Pont de la Torre

Director de tesis:

Dr. Eduardo Antonio Murillo Bracamontes

Dr. Miguel Enrique Martínez Rosas

Ensenada, Baja California

Agosto del 2017

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO

**Sistema de control para la realización de nanolitografía mediante
microscopia de fuerza atómica**

TESIS

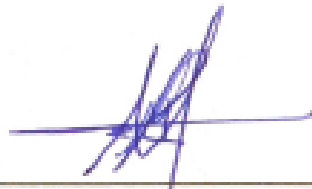
PARA CUBRIR LOS REQUISITOS NECESARIOS PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO EN ELECTRÓNICA

PRESENTA:

ULISES AUGUSTO PONT DE LA TORRE

Aprobada por:



Dr. Miguel Enrique Martínez Rosas
Codirector



**Dr. Eduardo Antonio Murillo
Bracamontes**
Codirector



Dr. José Juan Gervacio Arciniega
Sinodal



Dr. Manuel Moisés Miranda
Sinodal



Dr. Humberto Cervantes de Ávila
Sinodal

RESUMEN

El presente trabajo tiene como objetivo implementar un sistema que permita realizar litografía ferroeléctrica a escala nanométrica en el microscopio de barrido por sonda (SPM, por sus siglas en inglés) modelo XE-70 de la compañía Park Systems. Para lograr este objetivo se sincronizó el sourcemeter (fuente y medidor de voltaje y corriente) con el barrido del SPM. Se utilizó una tarjeta de adquisición de datos (DAQ) controlada desde LabVIEW, para leer las señales de sincronía del SPM con la finalidad de conocer la posición exacta de la punta sobre la cual está interactuando la muestra y realizar la polarización correcta. Se realizaron grabados de patrones sobre una película delgada de Zirconato Titanato de Plomo (PZT) y posteriormente se obtuvieron imágenes de amplitud y fase en el modo de microscopía de fuerza de piezorespuesta (PFM del inglés Piezoresponse force microscopy).

Por último los resultados de este trabajo tienen la intención de ser utilizados en un futuro para utilizar plantillas ferroeléctricas sobre las cuales puedan ser depositadas nanopartículas y también desarrollar otros tipos de litografía mediante el SPM.

Palabras Clave: microscopía, litografía ferroeléctrica, AFM, PFM, PZT.

DEDICATORIAS

A mis padres, por todo su apoyo.

AGRADECIMIENTOS

A CNYN por permitirme utilizar sus instalaciones

A los proyectos PAPIME-UNAM PE109917, PAPIIT-UNAM IN109016, IN105317, y CoNaCyT 272894, 280309 y 282778. Por su apoyo en la compra del equipo utilizado.

Al Dr. Jesús Siqueiros por brindarme su apoyo.

Al Dr. Eduardo Murillo por todo el apoyo y guía.

Al Dr. Miguel Enrique Martínez Rosas por su apoyo.

Al Dr. José Juan Gervacio Arciniega por su apoyo, observaciones y ser mi sinodal.

Al Dr. Manuel Moisés Miranda por ser mi sinodal.

Al Dr. Humberto Cervantes de Ávila por ser mi sinodal.

ÍNDICE

Resumen	3
Dedicatorias	4
Agradecimientos	5
CAPÍTULO I. Introducción	9
1.1 Breve historia de la microscopía	9
1.2 SPM	10
1.2.1 AFM	10
1.2.1.1 Métodos de operación del AFM	11
1.2.1.1.1 Modo contacto	12
1.2.1.1.2 Modo no contacto	12
1.2.1.1.3 Modo de contacto intermitente	12
1.3 Labview	13
1.3.1 Características	14
1.4 SourceMeter	15
1.5 Amplificador Lock-In	15
1.6 Tarjeta de Adquisición de datos	15
CAPÍTULO II. Marco teórico	17
2.1 Microscopía de fuerza de piezorespuesta PFM	17
2.2 Materiales ferroeléctricos	19
2.3 Litografía ferroeléctrica	21

CAPÍTULO III. Objetivos	22
3.1 Objetivos	22
3.2 Hipótesis	22
3.3 Descripción del problema	22
3.4 Justificación	23
3.5 Antecedentes	23
CAPÍTULO IV. Equipo, Materiales y Metodología	25
4.1 Equipo y Materiales	25
4.2 Metodología	26
CAPÍTULO V. Resultados	33
CAPÍTULO VI. Conclusiones	36
CAPÍTULO VII. Referencias	37

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama general del AFM.	11
Figura 2. Gráfica Distancia-Fuerza cantilever.	13
Figura 3. SourceMeter utilizado	15
Figura 4. Amplificador Lock-In utilizado	16
Figura 5. Tarjeta DAQ utilizada	16
Figura 6. Polarización de un material piezoeléctrico	17
Figura 7. Diagrama de configuración de PFM.	18
Figura 8. Punta conductiva.	18
Figura 9. Tipos de polarización	20
Figura 10. Polarización de un ferroeléctrico.	21
Figura 11. PZT topografía y litografía ferroeléctrica.	22
Figura 12. Litografía Oxford instruments.	23
Figura 13. Litografía Bonnell Group.	24
Figura 14. Litografía Park Systems.	24
Figura 15. AFM y equipo utilizado.	25
Figura 16. Barrido de frecuencias.	26
Figura 17. Cantilever sobre PZT.	27
Figura 18. Datos de sincronía.	28
Figura 19. Acercamiento a datos de sincronía.	28
Figura 20. Muestra de PZT.	30
Figura 21. Panel frontal.	31
Figura 22. Diagrama de programación.	32
Figura 23. Primer patrón.	33
Figura 24. Topografía antes y después de litografía ferroeléctrica.	33
Figura 25. Logotipos UABC CNYN.	34
Figura 26. Imágenes variadas.	35

CAPÍTULO I. Introducción

La microscopia ha ayudado a la humanidad a avanzar hasta donde se encuentra ahora. Los diferentes métodos tanto ópticos como electrónicos existentes permiten observar diferentes materiales y fenómenos a diferentes escalas; permitiéndonos comprender estos universos diminutos a detalle, su composición y características.

En la actualidad algunos microscopios como el microscopio de barrido por sonda (SPM por sus siglas en inglés) no solo nos permiten observar la muestra, también nos dan la posibilidad de interactuar con el material modificando algunas de sus propiedades hasta el punto de realizar litografía sobre películas delgadas [1].

1.1 Breve historia de la microscopia

La vista siempre ha servido al ser humano como un instrumento de experimentación y análisis pero al querer investigar fenómenos y materiales cada vez más pequeños, fue necesario la utilización de instrumentos especializados para aumentar la potencia del ojo humano. En el siglo XVII se empezaron a utilizar instrumentos de vidrio con los cuales se podía observar un aumento en la imagen de los objetos, a estos se les denominó lentes por su forma parecida a la de una lenteja [2].

Entre los años de 1591 y 1608, el físico holandés Zacharias Jensen construyó el primer microscopio compuesto, constituido por varias lentes que permitieron corregir las aberraciones esférica y cromática. Este microscopio consistía de un lente objetivo convexo y un ocular cóncavo. Posteriormente Johannes Kepler (1571-1630) diseñó un microscopio compuesto en que el objetivo y el ocular eran del tipo convexo; éste es el prototipo de los microscopios actuales [2].

En el año de 1931 gracias a la Microscopía Electrónica se pudo obtener una resolución 1000 veces mayor que la de un microscopio óptico. Fueron los físicos

Max Knoll y Ernst Ruska en Alemania, quienes dieron a conocer el Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM, por sus siglas en inglés). Posteriormente, en el año 1938, Manfred von Ardenne construyó el primer Microscopio Electrónico de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés) y comercialmente distribuido hasta 1965 por la compañía británica, Cambridge Instruments [2].

En 1985 Benning y Rohrer construyeron el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM, por sus siglas en inglés, atomic force microscopy); instrumento mecano-óptico que mediante el reflejo del láser en la parte posterior de una punta cristalina de forma piramidal acoplada a una micropalanca o cantilever (en inglés) es capaz de medir fuerzas del orden de nanonewtons [2].

1.2 SPM

Se conoce como Microscopía de barrido por sonda (SPM, por sus siglas en inglés, scanning probe microscopy) a la familia de microscopios que emplean una sonda para analizar el material con precisión a escala atómica. Dentro de esta familia se encuentran las microscopías de tunelamiento STM (por sus siglas en inglés scanning tunneling microscopy), Microscopía de barrido de campo cercano SNOM (por sus siglas en inglés scanning near-field microscopy) y la microscopía de fuerza atómica [1].

1.2.1 AFM

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) es un instrumento que utiliza la deflexión de una sonda constituida por una punta que se encuentra en el extremo de un cantilever, esta deflexión de la sonda es generada por la interacción con la superficie de la muestra. Las mediciones son realizadas mediante el reflejo de un láser en la parte posterior de la sonda, el cual al ser reflejado incide en un fotodetector que manda la información al controlador del microscopio para poder generar la imagen [3].

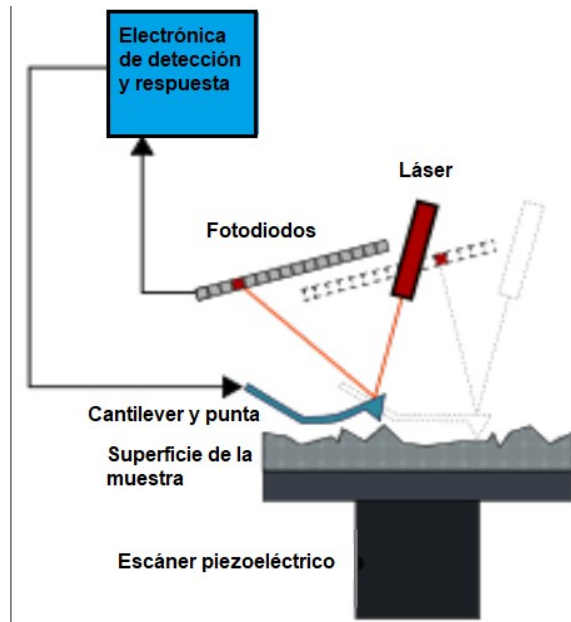


Figura 1 . Diagrama general del AFM.

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

$$\vec{F} = k_z \Delta \vec{z} \quad (1)$$

A diferencia de la báscula, en lugar de utilizar un resorte, el AFM utiliza un cantilever con el cual es posible detectar flexiones en el rango de 0.1 Angstrom con una sensibilidad de fuerza de nanonewtons [3].

1.2.1.1 Métodos de operación del AFM

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

1.2.1.1.1 Modo de contacto

También llamado modo estático. En este modo la punta de la sonda se encuentra en contacto constante con la muestra [3]. A medida que la punta barre la superficie de la muestra, el cantilever sufre deflexiones causadas por la topografía de la superficie, las cuales son detectadas por el fotodetector. EL sistema de control de AFM permite configurar la fuerza con la que hace contacto el cantilever sobre la muestra y mantenerla constante durante todo el tiempo que dura el barrido.

1.2.1.1.2 Modo de no contacto

Este es un modo de tipo dinámico en el cual el cantilever se hace vibrar a una frecuencia cercana a su frecuencia de resonancia libre [3]. Las fuerzas que predominan en este modo son las fuerzas de atracción. El sistema de control permite mantener constante la distancia entre la punta y la muestra durante todo el tiempo que dura el barrido.

1.2.1.1.3 Modo de contacto intermitente

Este es un modo de tipo dinámico, también conocido como “tapping” en inglés, en donde el cantilever se hace vibrar con una amplitud modulada en el rango nanométrico (entre 5 y 200nm) [3]. Durante el barrido del cantilever sobre la muestra, la punta hace contacto intermitente.

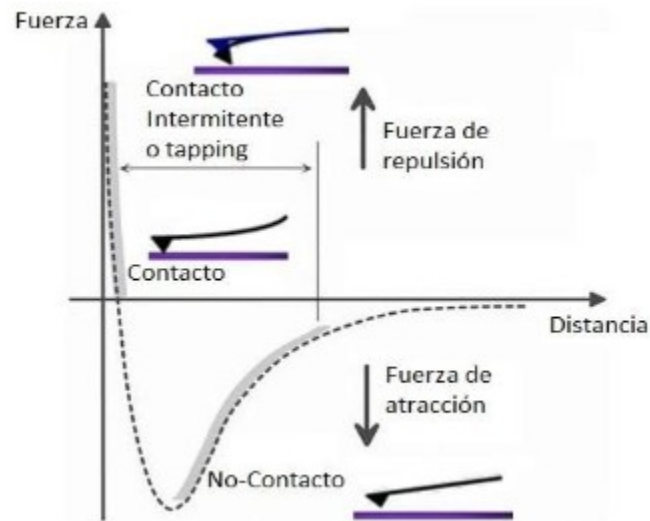


Figura 2. Gráfica distancia-fuerza cantilever. Muestra las fuerzas en los diferentes modos de operación del AFM.

Las fuerzas que experimenta el cantilever (figura 2) dependen de la distancia con respecto de la muestra. A mayor distancia el cantilever experimenta fuerzas de largo alcance principalmente atribuidas a las fuerzas de van der Waals, conforme disminuye la distancia entre la punta y la superficie se experimentan fuerzas químicas de corto alcance a la cual también se le añade las fuerzas de van der Waals, las fuerzas capilares, fuerzas electrostáticas y magnéticas. Cuando la punta se acerca mas a la muestra empieza a experimentar fuerzas de repulsión de Pauli [3].

1.3 LabVIEW

LabVIEW (acrónimo de Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench) es una plataforma y entorno de desarrollo para diseñar sistemas, con un lenguaje de programación visual gráfico. Recomendado para sistemas hardware y software de pruebas, control y diseño, simulado o real y embebido [4]

1.3.1 Características

Su principal característica es la facilidad de uso, robustez y ahorro de tiempo en la realización de interfaces gráficas de usuario y programación. Los programas en LabVIEW son llamados instrumentos virtuales (Vis)[4].

Presenta facilidades para el manejo de:

- Interfaces de comunicaciones:
 - Puerto serie.
 - Puerto paralelo.
 - GPIB.
 - PXI.
 - VXI.
 - TCP/IP, UDP, DataSocket.
 - Irda.
 - Bluetooth.
 - USB.
 - OPC.
- Capacidad de interactuar con otros lenguajes y aplicaciones:
 - DLL: librerías de funciones.
 - .NET.
 - ActiveX.
 - Multisim.
 - Matlab/Simulink.
 - AutoCAD, SolidWorks, etc.
- Herramientas gráficas y textuales para el procesado digital de señales.
- Visualización y manejo de gráficas con datos dinámicos.
- Adquisición y tratamiento de imágenes.
- Control de movimiento (combinado incluso con todo lo anterior).
- Tiempo Real estrictamente hablando.

- Programación de FPGAs para control o validación.
- Sincronización entre dispositivos.

1.4 SourceMeter

Unidad de Medición y Fuente (SMU por sus siglas en inglés), también conocido como Keithley SourceMeter®. Es un instrumento que puede suministrar con precisión voltaje o corriente y simultáneamente medir voltaje o corriente con alta resolución. El modelo que se utilizó es el Keithley 2450, el cual integra la capacidad de una fuente de voltaje individual, un multímetro, una fuente de corriente y una carga electrónica en un pequeño instrumento [5]. Este instrumento cuenta con una librería para LabVIEW. Lo cual permite controlarlo de manera externa desde una computadora.



Figura 3. SourceMeter utilizado

1.5 Amplificador Lock-In

El amplificador Lock-in es un instrumento utilizado para limpiar y amplificar señales muy pequeñas de AC, del orden de nanovolts. Es capaz de realizar mediciones precisas aun cuando la señal es opacada por ruido de mayor amplitud. Los amplificadores Lock-in utilizan una técnica conocida como detección sensible de fase (phase-sensitive detection) para poder extraer la componente de la señal a la

frecuencia de referencia especificada. Señales de ruido con frecuencias distintas a la frecuencia de referencia son rechazadas y no afectan la medición [6]. El modelo de Lock-In que se utilizó, es el SR865 de Stanford Research el cual cuenta con la librería de LabVIEW para poder controlarlo de manera externa desde una computadora vía puerto USB.



Figura 4. Amplificador Lock-In utilizado

1.6 Tarjeta de Adquisición de datos (DAQ en inglés)

La tarjeta de adquisición de datos es un instrumento que cuenta con entradas y salidas digitales y analógicas, las cuales son adquiridas a una velocidad de muestreo específica. Los datos se adquieren directamente en una computadora por medio del puerto USB. La tarjeta DAQ que se utilizó es la USB-6356 de National Instruments. Esta tarjeta de adquisición de datos cuenta con librería para LabVIEW.



Figura 5. Tarjeta DAQ utilizada

CAPÍTULO II. Marco teórico

2.1 Microscopía de fuerza de piezorespuesta (PFM)

En este tipo de microscopía se mide la respuesta electromecánica de un material ferroeléctrico cuando se le aplica un voltaje sinusoidal a la superficie de la muestra mediante una punta conductiva en el AFM. Al aplicar el voltaje sinusoidal el material piezoeléctrico se contrae o expande dependiendo de la polaridad como se muestra en la figura 3 [7].

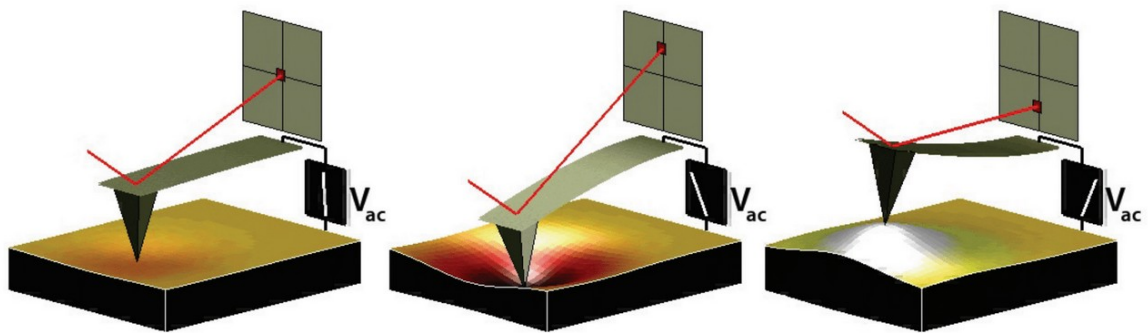


Figura 6. Polarización de un material piezoeléctrico (imagen obtenida de la página de Asylum Research).

Para este tipo de microscopía es necesario utilizar un amplificador lock-In por las características que este instrumento posee, que se mencionarán más adelante.

Las imágenes que se pueden obtener con este tipo de microscopía, a parte de la topografía del material, son las imágenes de amplitud y fase. Las imágenes de amplitud obtenidas están relacionadas con el tamaño del coeficiente del piezoeléctrico y la imagen de fase está relacionada con la orientación del dominio eléctrico [8].

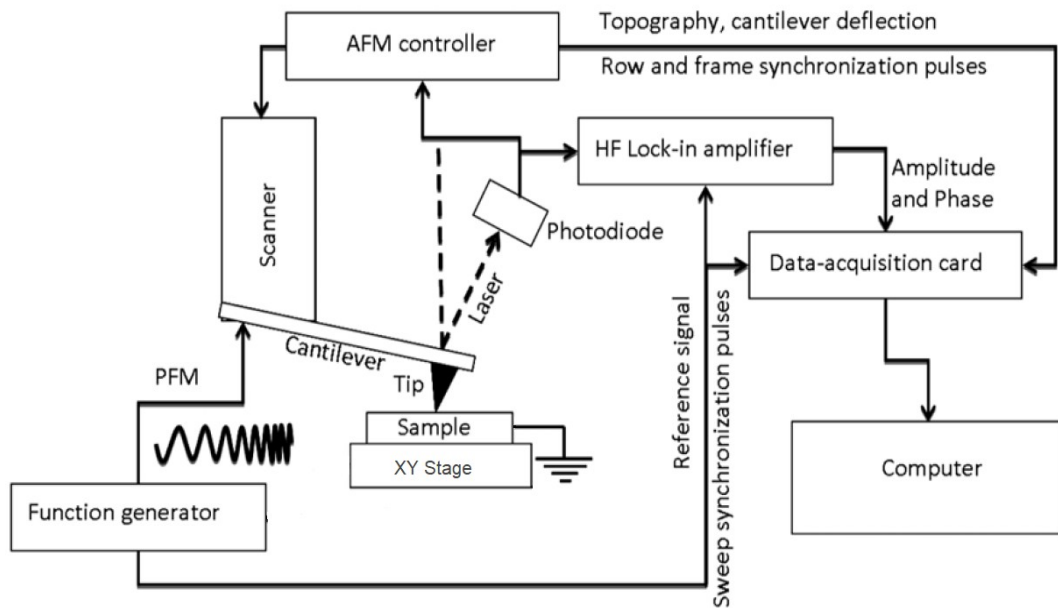


Figura 7. Diagrama de configuración de PFM [9].

La punta conductiva (figura 5) típica tiene una frecuencia de resonancia en modo contacto de $70\text{kHz} \pm 4\text{kHz}$ y una constante de fuerza entre 0.07 y 0.4 N/m .

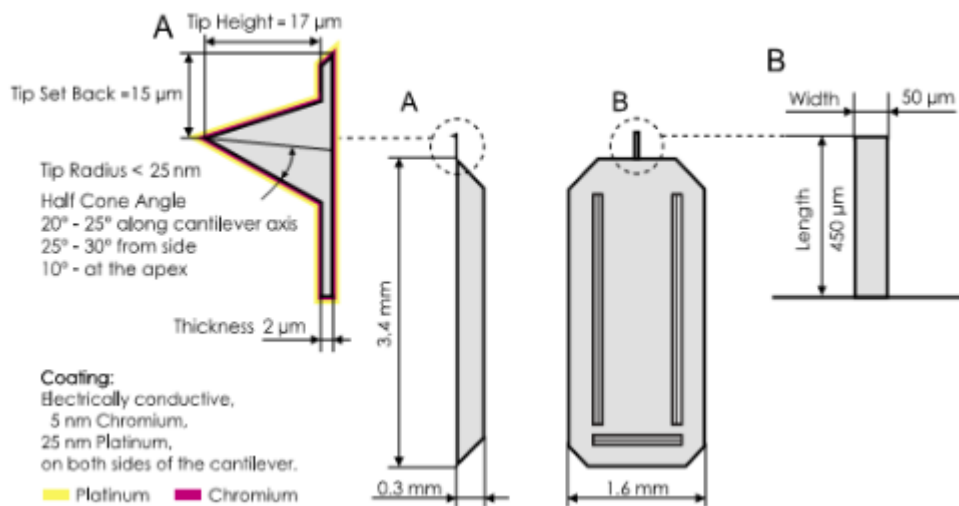


Figura 8. Punta conductiva. (imagen obtenida de la pagina tedpella [10])

2.2 Materiales ferroeléctricos

Es posible clasificar los materiales en función de como los electrones fluyen a través de ellos. Si en el material los portadores se mueven con mayor libertad se le conoce como conductor; y aquellos en los que el desplazamiento es escaso o nulo se les conoce como aislantes o dieléctricos. En los aislantes los electrones se encuentran ligados con mas fuerza al núcleo de los átomos [11].

Los dieléctricos al encontrarse bajo un campo eléctrico externo los centros de carga, positivos y negativos, se desplazan dando origen a momentos dipolares eléctricos denotado por p . Un momento dipolar eléctrico esta definido para dos cargas de igual magnitud pero de signo contrario separadas una distancia $|r|$ y está dada por la ecuación (2) [11].

$$p = qr \quad (2)$$

Para poder decir que un material tiene una polarización P es necesario que la suma de todos los momentos dipolares eléctricos presentes en el material sea no nula, para esto se realiza la suma de los momentos dipolares, p_i , por unidad de volumen v como se muestra en la ecuación (3) [11]:

$$P = \frac{1}{v} \sum_{i=1}^n p_i \quad (3)$$

Los tipos de polarización que se pueden dar son la electrónica, iónicas y dipolar. La polarización electrónica se genera cuando la nube electrónica que rodea al núcleo se forma, como lo muestra la figura 6a; la polarización iónica tiene lugar cuando un ión se desplaza respecto a otros (figura 6b); y la polarización dipolar es provocada cuando los momentos dipolares de una molécula se reorientan como se muestra en la figura 6c [11].

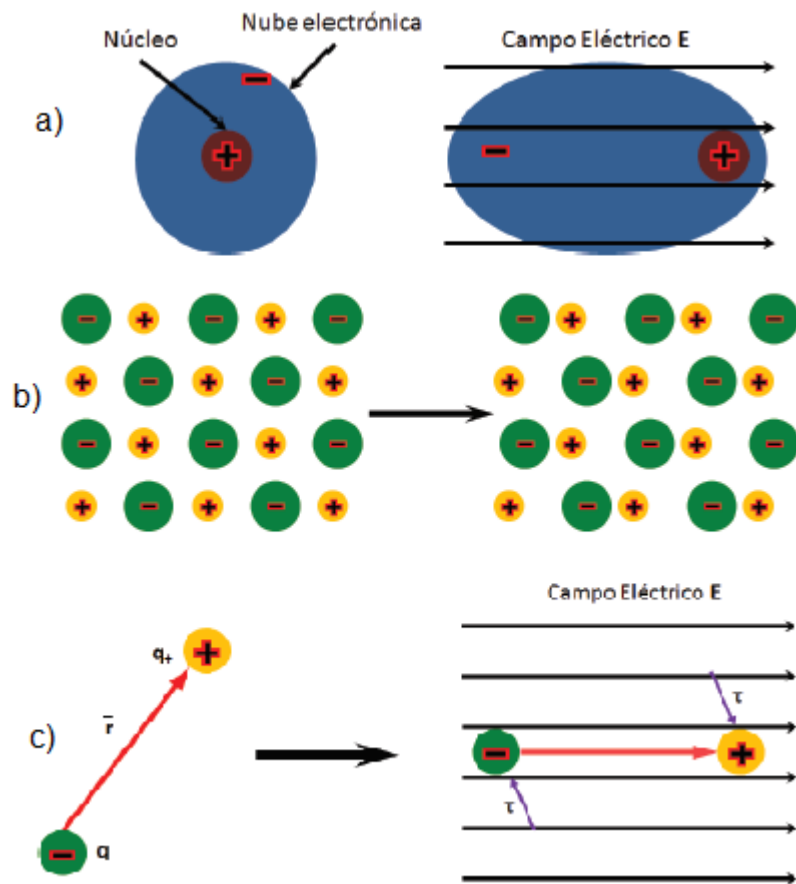


Figura 9. Tipos de polarización.

La capacidad de los materiales para polarizarse queda implícita en su permitividad, ϵ [11].

Un ferroeléctrico está definido como un material al que una polarización espontánea P_s puede ser revertida mediante la aplicación de un campo externo. En consecuencia el ferroeléctrico tiene una carga polarizada superficial que está compensada parcialmente bajo condiciones ambientales [12].

El dominio ferroeléctrico está definido como el área en la cual la polarización espontánea apunta en una sola dirección. Dos dominios adyacentes están

separados por una *pared de dominio* también conocida como límite o frontera de dominio [12].

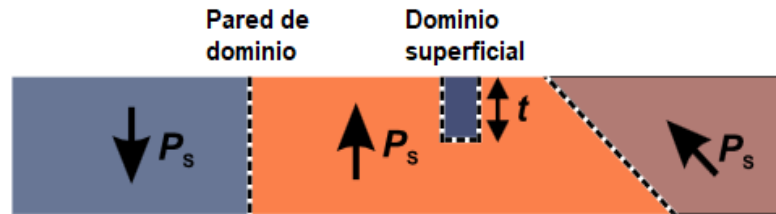


Figura 10. Polarización de un ferroeléctrico.

2.3 Litografía Ferroeléctrica

Con la técnica de PFM, se puede modificar la polarización de la superficie de la muestra ferroeléctrica mediante la aplicación de un voltaje de corriente directa utilizando la punta de la sonda. Esta técnica se puede utilizar para grabar patrones a escala nano y micrométrica en la fase del material sin cambiar la topografía de la superficie de la muestra [13].

La litografía ferroeléctrica ha sido utilizada en los últimos años para la deposición foto-química de nanoestructuras metálicas en óxidos como PZT. En muchos estudios la versatilidad de la litografía ferroeléctrica a destacado cuando se ensamblan multicomponentes metal-orgánicos o deposita estructuras metal magnéticas [14].

CAPÍTULO III. Objetivos

3.1 Objetivo

Realizar litografía ferroeléctrica mediante la sincronización del barrido que realiza el Microscopio de Fuerza Atómica con un SourceMeter y una tarjeta de adquisición de datos.

3.2 Hipótesis

Es posible conocer la localización de la punta del microscopio en la superficie de la muestra durante todo el barrido, mediante la detección de las señales de monitoreo del microscopio.

3.3 Descripción del problema

El AFM que se encuentra actualmente en la Unidad de Nanocaracterización del CNyN no cuenta con un sistema que le permita realizar litografía ferroeléctrica con la técnica empleada hasta el momento. La técnica empleada hasta el momento solo podía realizar cuadros del tamaño del barrido con solo una polarización por cuadro, los cuales se pueden hacer concéntricos haciendo barridos en áreas de diferente tamaño como se muestra en la figura 7.

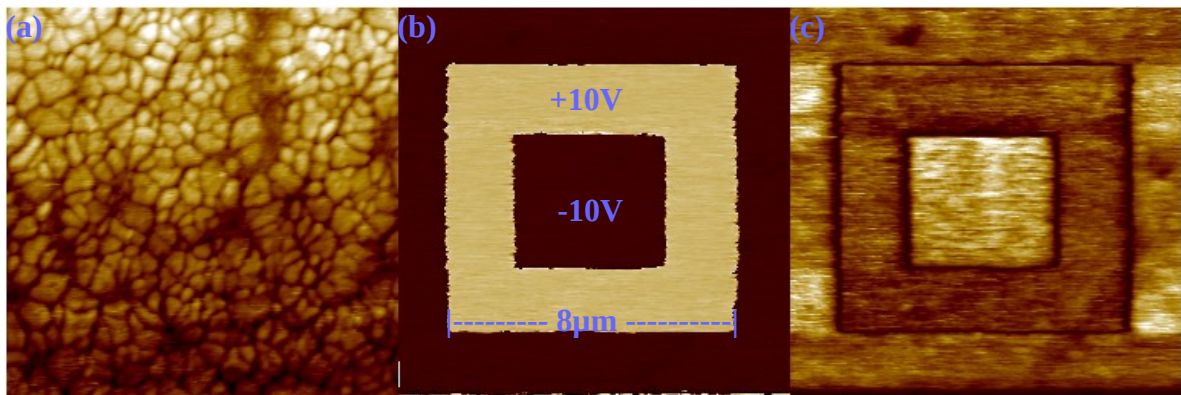


Figura 11. Topografía y litografía ferroeléctrica. (a) topografía de PZT. (b) Imagen de fase de cuadros concéntricos sobre PZT, parte oscura corresponde a -10V, parte clara +10V. (c) Imagen en amplitud. Área de barrido 12 μm .

3.4 Justificación

Siendo el AFM una herramienta fundamental para el estudio de diferentes materiales, en particular con materiales ferroeléctricos es importante medir sus propiedades y la litografía ferroeléctrica permite modificar la polarización de los dominios del material para formar un patrón que posteriormente pueda ser utilizado como plantilla para depositar otro material distinto. El desarrollo presentado en este trabajo permitirá en un futuro desarrollar mediciones puntuales de características físicas de los materiales.

3.5 Antecedentes

Si bien en la Unidad de Nanocaracterización, localizada en las instalaciones de CNYN no se contaba con un sistema capaz de realizar litografía ferroeléctrica, en laboratorios de otras partes del mundo ya se había implementado utilizando equipos más especializados como es el caso de Oxford instruments, Bonnell Group y Park Systems.

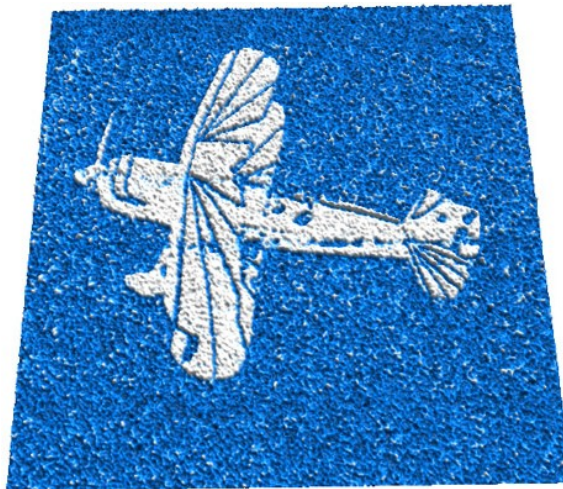


Figura 12. Litografía en sol-gel PZT. Amplitud dibujada sobre la topografía de la superficie. Tamaño del barrido $14.5 \mu\text{m}$. Realizada con el microscopio MFP-3D AFM. (Imagen obtenida de la página de Oxford Instruments [15]).

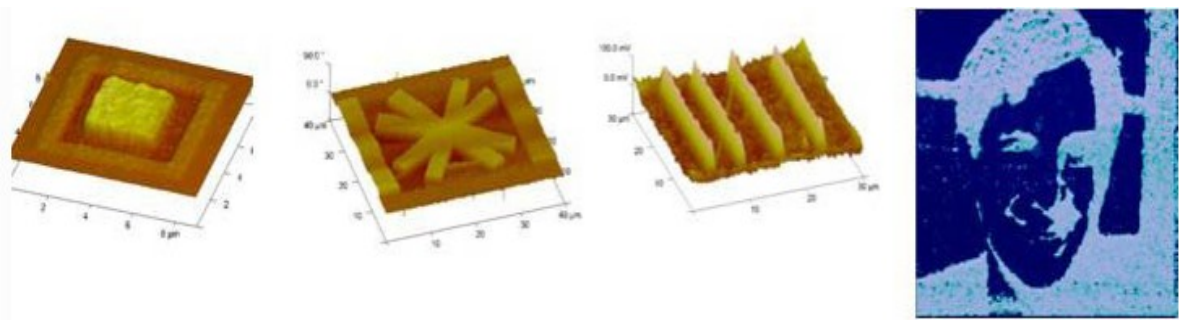


Figura 13. Litografía en PZT con voltajes de +10V -10V (imágenes obtenidas de la página de Bonnell Group [16]).

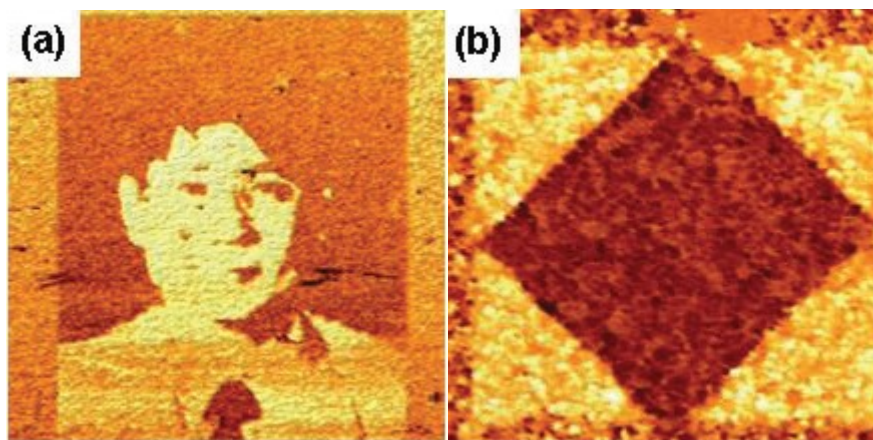


Figura 14. Litografía en PZT con voltajes de +10V -10V utilizando un microscopio XE-series AFM controlado por el software XEL de control de litografía. Tamaño del barrido (a) 30 μm (b) 5 μm (imágenes obtenidas de la página de Park Systems [17]).

CAPÍTULO IV. Equipo, Materiales y Métodos

4.1 Equipo y Materiales

Fueron necesarios los siguientes materiales y equipos para la realización de este proyecto.

- Microscopio de Fuerza Atómica Park XE-70 con su sistema de control.
- Cámara de acrílico con nitrógeno para el control de humedad.
- Punta conductiva (número de parte contE-G) de Budget Sensors.
- Muestra de material PZT (película delgada).
- Computadora con software de control del microscopio.
- Tarjeta de adquisición de datos DAQ X Series NI USB 6356 de National Instruments.
- Amplificador Lock-In SR865 2MHz DSP Lock-In Amplifier de Stanford Research Systems.
- Sourcemeter 2450 SourceMeter de Keithley.
- Computadora con el software LabView 2013 y Matlab.
- Osciloscopio (TDS3032 de Tektronix), generador de funciones (DG1032Z de Rigol) para realizar pruebas.

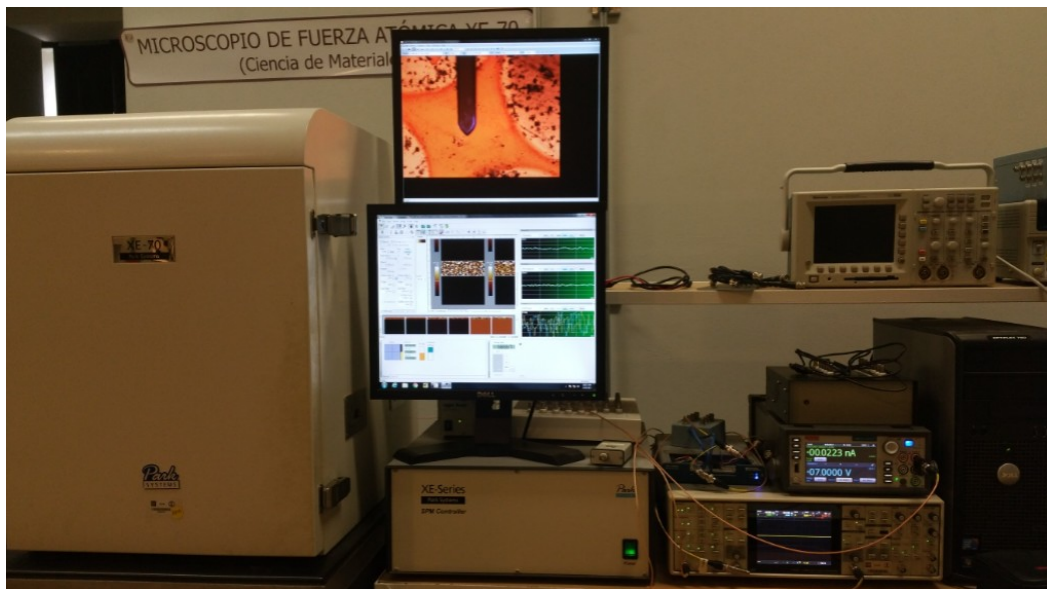


Figura 15. AFM y Equipo de medición utilizado.

4.2 Metodología

Para poder realizar la medición de amplitud y fase mediante PFM, es necesario encontrar la frecuencia de resonancia de la punta del microscopio con el material y para esto es necesario un programa de LabVIEW, el cual controla el amplificador lock-In para hacer un barrido de frecuencia contra amplitud y así encontrar la frecuencia de resonancia la cual será utilizada para hacer una lectura óptima, figura 12.

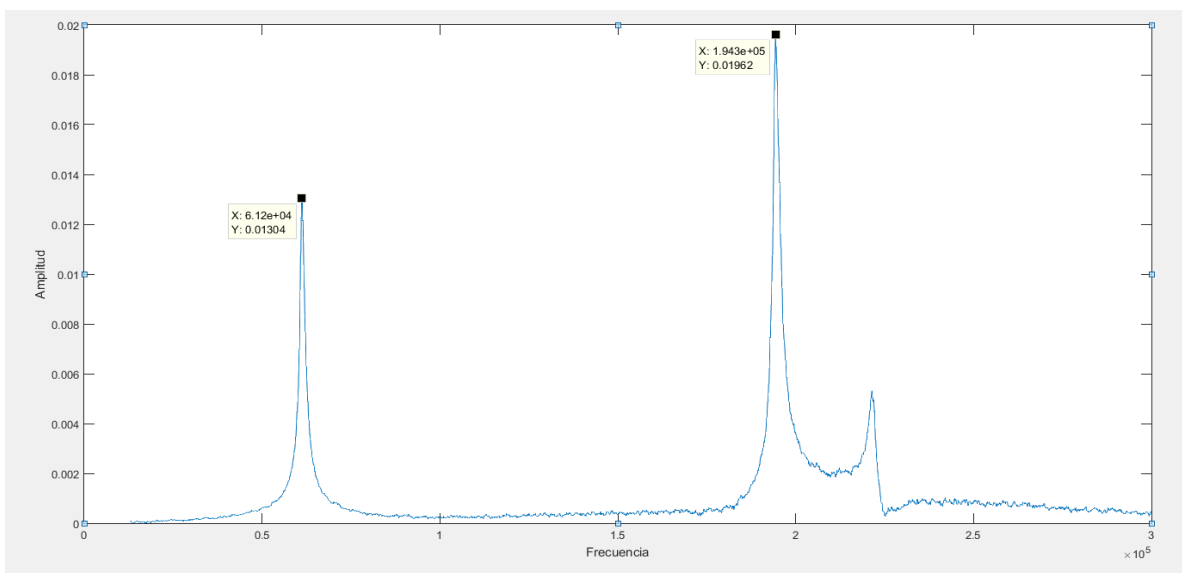


Figura 16. Barrido de frecuencia para encontrar la frecuencia de resonancia de la punta del microscopio con la muestra. Frecuencias de resonancia a 61.2KHz y 194.3KHz.

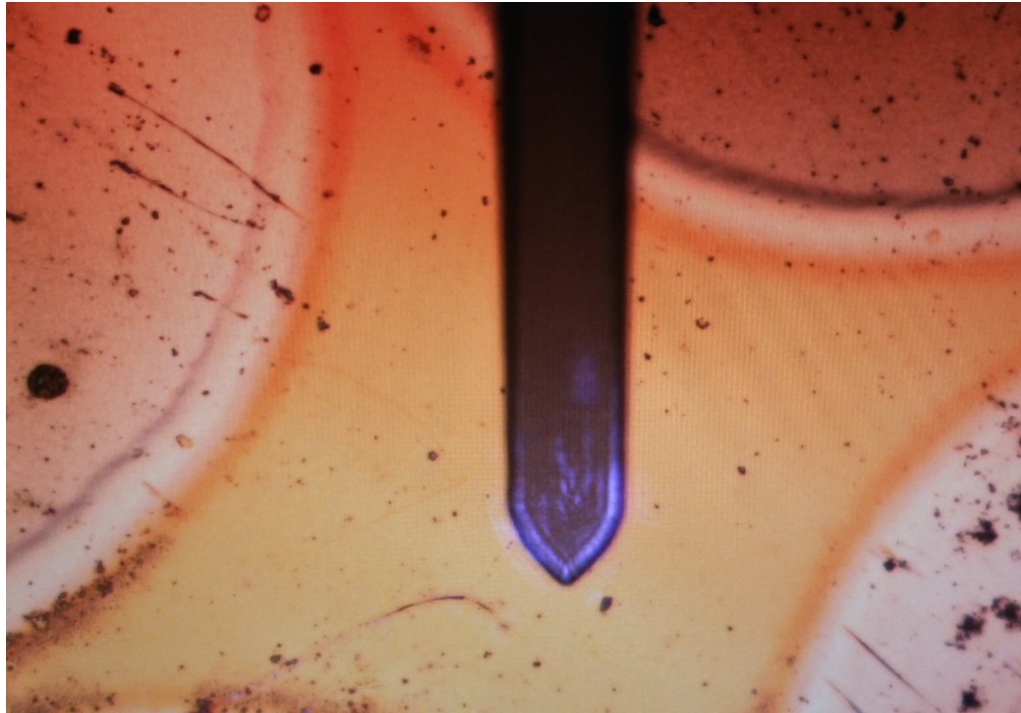


Figura 17. Cantilever sobre PZT. El brillo azul sobre el cantilever es producido por el reflejo del láser.

Para crear una imagen en el AFM, se realizan 64 barridos (en el caso para la resolución de 64x64 pixeles), durante un barrido, es necesario detectar las señales de sincronía del AFM: frame, line y pixel. Para esto se elaboró un programa en LabVIEW que detecta las señales de sincronía, las cuales se muestran en la figura 14.

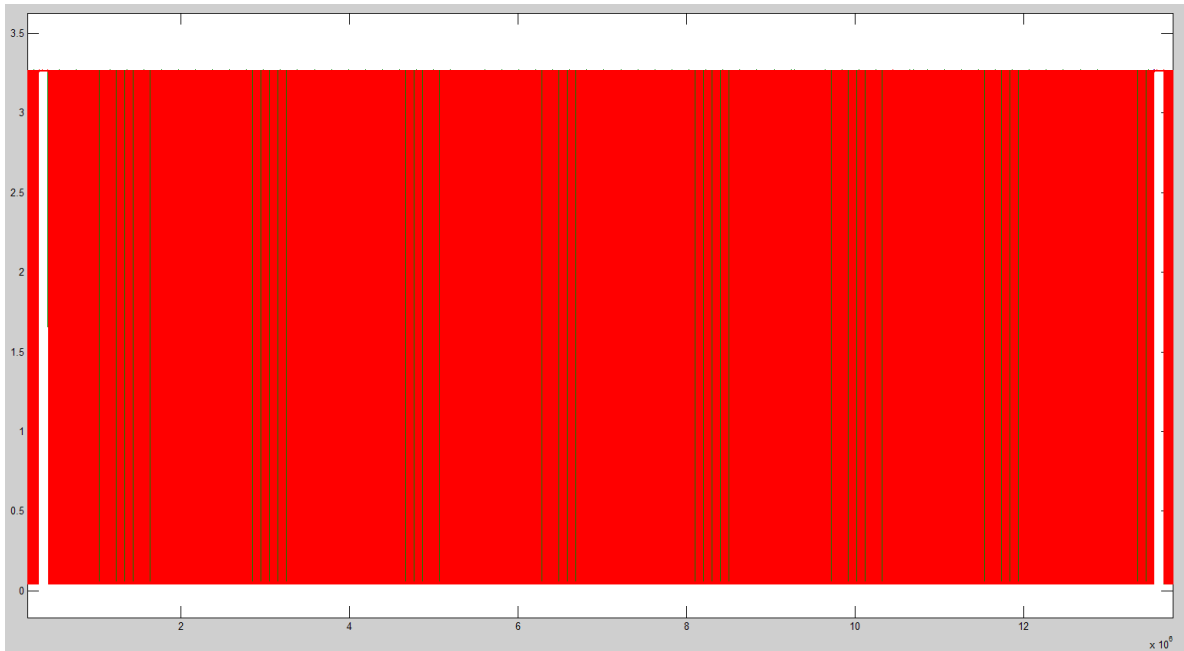


Figura 18. Datos de sincronía para el barrido de 64x64 pixeles, el color rojo representa el pixel, verde la línea y azul el cuadro. Todas con una amplitud de 3.26V.

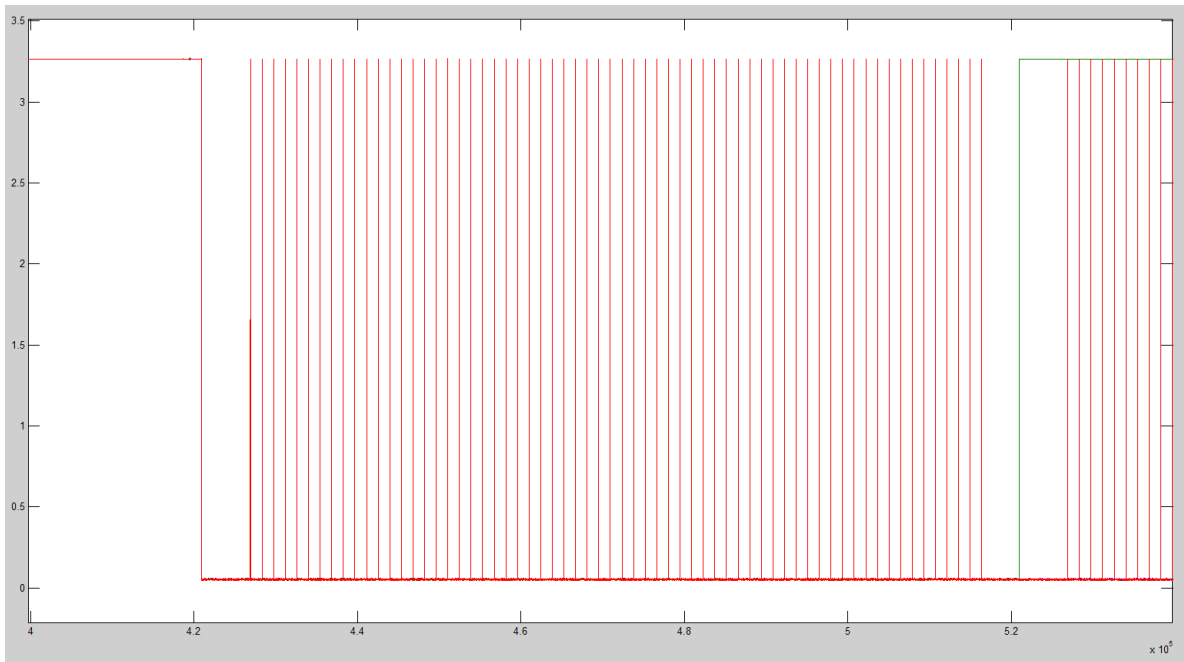


Figura 19. Acercamiento de la figura 14. Se muestran 64 espigas rojas que representan los 64 pixeles dentro de una línea. El flanco de bajada de lado izquierdo corresponde al frame al inicio del barrido.

Por otra parte, es necesario preparar el patrón que se dibujará en el sustrato, para esto debe ser una imagen cuadrada, ya sea de 64x64 pixeles o 256x256. Una vez así, los pixeles de la imagen deben ser convertidos solamente en dos niveles (blanco y negro). Para posteriormente exportar los datos de la imagen a un archivo con extensión .csv. Finalmente, se carga el archivo con extensión .csv utilizando otro programa que realiza la sincronización con el SPM y el sourcemeter para generar la litografía.

Existen diferentes métodos para preparar la imagen patrón, el utilizado para este trabajo fue elegir la imagen y utilizando el software Paint escalar la imagen a los pixeles deseados, después abrir la imagen con Matlab y utilizando la función *im2bw(I, level)* para convertir todo a blanco y negro. Posteriormente la matriz generada se abre en el software Excel para remplazar las casillas con valores predefinidos en el programa que realizara la nanolitografía.

El programa para realizar la sincronización y litografía se realizó en LabVIEW. Este programa adquiere las señales de sincronía del SPM utilizando las entradas digitales de la tarjeta de adquisición de datos, analiza en tiempo real estas señales, las cuales corresponden al pixel, línea y cuadro del barrido, identifica cada una y la sincroniza con la imagen a dibujar para que se realice la escritura de patrón durante el barrido del SPM sobre la muestra.

Todos los patrones fueron grabados en la misma muestra, la cual es una película de PZT. Se realizaron mediciones en diferentes zonas de este material.



Figura 20. Muestra de PZT sobre porta muestras con pintura de plata para asegurar la conductividad. Moneda como escala.

En el panel frontal del programa (figura 17) se introduce la dirección del puerto USB en donde se conecta el DAQ, el puerto digital en donde está conectada la señal del frame del microscopio y el puerto USB en el cual está conectado el sourcemeter. También es necesario especificar la resolución y la velocidad de muestreo así como la dirección de la imagen patrón a usar la cual debe coincidir con la resolución que se ponga en el recuadro.

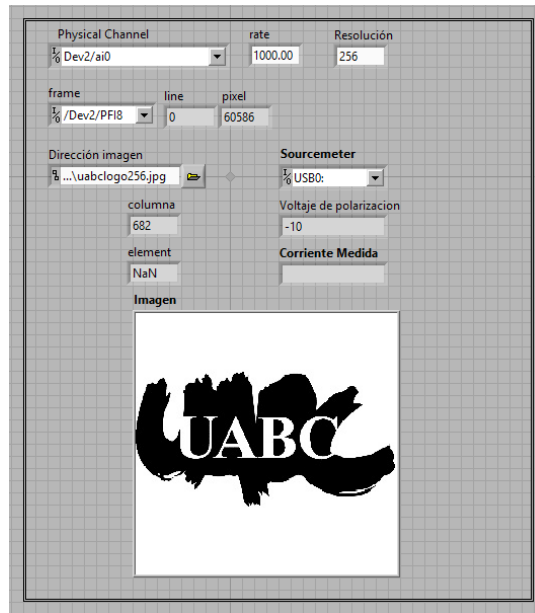


Figura 21. Panel frontal del programa.

La figura 22 muestra el diagrama a bloques del programa en LabVIEW. La primer parte está encargada de leer la dirección de la imagen y buscar en la misma ubicación el archivo .csv que contiene la información del patrón. De manera casi simultánea se inicializa el sourcemeter y un *trigger* encargado de monitorear la señal de sincronía del frame para cuando esta señal tenga un flanco de bajada activa un *case*.

La segunda parte de la figura 22 utiliza el asistente del DAQ para hacer un conteo de líneas y pixeles utilizando la señal de sincronía enviada por el microscopio. Al obtener la posición actual de la punta con el asistente del DAQ se utilizan líneas de código en C para poder ir leyendo elemento a elemento el archivo .csv del patrón. De manera siguiente el programa hace una comparación si el elemento del archivo es 0 o 256 para seleccionar el voltaje necesario. Si el elemento es 0 el sourcemeter aplicará un voltaje de -10V DC, si el elemento es 256 el sourcemeter aplicará un voltaje de 10V DC.

CAPÍTULO V. Resultados

Como resultado de este trabajo se obtuvieron los siguientes patrones grabados en la superficie de una película delgada de PZT. Los patrones fueron grabados en diferentes partes del material y debido a eso las impurezas en cada zona son distintas

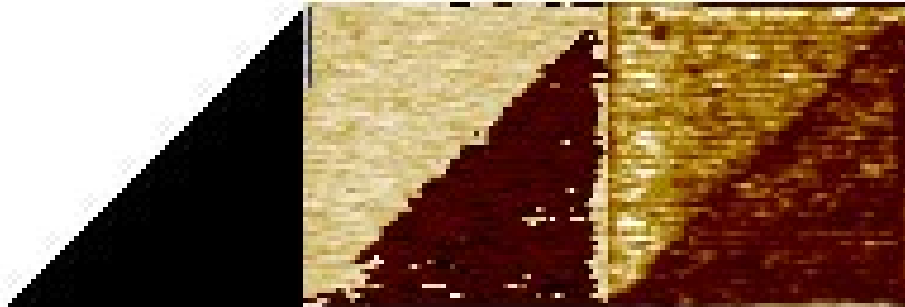


Figura 23. Primer patrón grabado con éxito utilizando el AFM. Izquierda patrón a grabar, en medio patrón grabado en el dominio de la fase de la muestra de PZT, derecha amplitud. Área de barrido $10\ \mu\text{m}$, resolución 64×64 , temperatura 22°C , humedad 21%, frecuencia de resonancia 61.7KHz, frecuencia de barrido 0.5Hz.

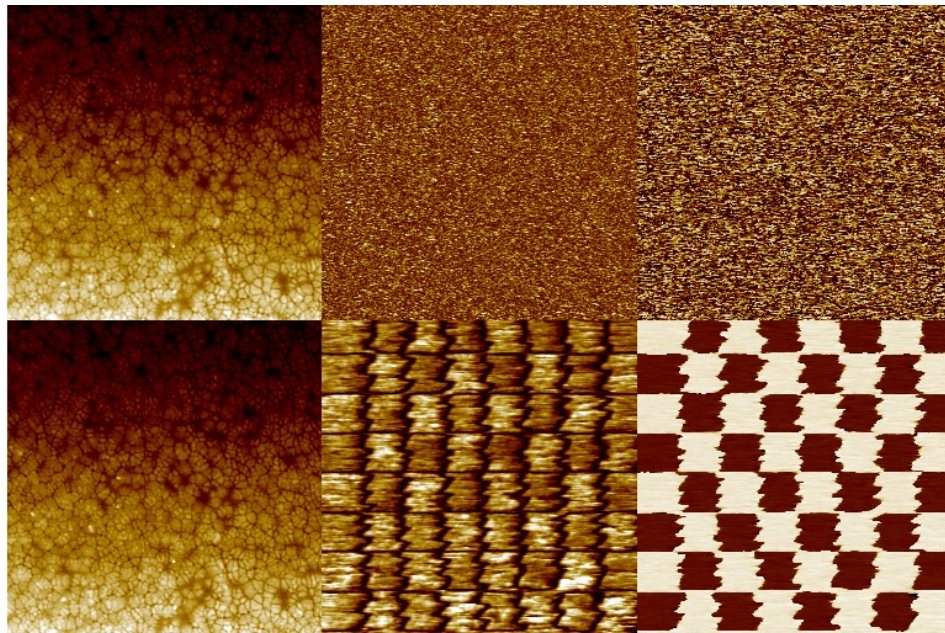


Figura 24. Arriba: Topografía, amplitud y fase antes de grabar el patrón. Abajo: Topografía, amplitud y fase después de grabar el patrón. Se puede observar que la topografía para ambos casos es idéntica, no cambia al realizarse la litografía ferroeléctrica. Área de barrido $10\ \mu\text{m}$



Figura 25. Logotipos de UABC y CNYN. Izquierda patrón a grabar, en medio patrón grabado en el dominio de la fase en la muestra de PZT, derecha fampitud. Área de barrido $10\ \mu\text{m}$, resolución 256×256 , temperatura 22°C , humedad 4.3% , frecuencia de resonancia 200KHz , frecuencia de barrido 0.25Hz .



Figura 26. Imágenes variadas. Izquierda patrón a grabar, en medio patrón grabado en el dominio de la fase en muestra de PZT, derecha amplitud. Área de barrido $10\ \mu\text{m}$, resolución 256×256 , temperatura 22°C , humedad 1.3%, frecuencia de resonancia 200KHz, frecuencia de barrido 0.25Hz.

CAPÍTULO VI. Conclusiones

En este trabajo se cumplió con éxito el propósito planteado que era poder realizar litografía en materiales ferroeléctricos mediante la sincronización del barrido del microscopio de fuerza atómica utilizando una tarjeta de adquisición de datos y el control del sourcemeter. Se pudieron realizar diferentes patrones controlando pixel a pixel el dominio del material. Para verificar que los patrones fueron correctamente grabados, se obtuvieron imágenes de topografía, amplitud y fase de la zona mediante PFM.

El sistema de control desarrollado puede ser utilizado para la caracterización de materiales y depósito de mascarillas para circuitos.

Los inconvenientes que se tuvieron fueron el ruido y vibración ocasionado por los instrumentos cercanos ajenos al microscopio, la humedad que a veces llegaba a ser muy alta e impurezas en el material utilizado. Todos estos se ven reflejados en los resultados, en donde algunos patrones se pueden apreciar con pequeños errores.

En un futuro sería ideal poder realizar los experimentos en un ambiente más controlado; utilizando una muestra con menos impurezas.

CAPÍTULO VII. Referencias

[1] Salapaka, M. V., & Salapaka, S. M. (2008). Scanning Probe Microscopy. IEEE Control Systems, 28(2), 65-83. Disponible en: <http://web.engr.illinois.edu/~salapaka/pdfs/pdfs/Salapaka2008-Scanning.pdf>. (consultado el 5 de agosto del 2017).

[2] Arenas, J. Contribuciones de la física en la historia de la microscopia. Revista electrónica. ISSN: 1067-6079. Disponible en: <http://www.revista.unam.mx/vol.6/num7/art70/int70.htm>. (Consultado el 14 de julio del 2017).

[3] Enrique A. Lopez & Santiago D. Solares. El microscopio de fuerza atómica: métodos y aplicaciones. Revista de la Universidad del Valle de Guatemala No. 28 14-23. Disponible en: <http://www.uvg.edu.gt/publicaciones/revista/volumenes/Revista-28.pdf> (Consultado el 8 de agosto de 2017)

[4] LabVIEW. <https://es.wikipedia.org/wiki/LabVIEW>. (Consultado el 8 de agosto del 2017).

[5] SourceMeter. <http://www.tek.com/keithley-source-measure-units> (Consultado el 14 de julio de 2017)

[6] About Lock-In Amplifiers, Application Note #3. <http://www.thinksrs.com/downloads/PDFs/ApplicationNotes/AboutLIAs.pdf>. (Consultado el 08 de agosto del 2017)

[7] Roger Proksch & Sergei Kalinin. Piezoresponce Force Microscopy with Asylum Research AFM's. Disponible en:

<http://www.asylumresearch.com/Applications/PFMAppNote/PFMAppNote.shtml>
(Consultado el 18 de mayo del 2017).

[8] Serban Lepedatu & Markys G. Cain. Piezoresponse Force Microscopy.

[9] Enriquez-Flores C I, Gervacio-Arciniega J J, Cruz-Valeriano E, de Urquijo-Ventura P, Gutierrez-Salazar B J and Espinoza-Beltran F J 2012 Nanotechnology Disponible en: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0957-4484/23/49/495705/meta;jsessionid=7964A8CC6C803A9E8B91F693BE0E5216.ip-10-40-2-120#citations> (Consultado el 8 de agosto de 2017)

[10] https://www.tedpella.com/probes_html/budgetsensors-2.htm (consultado el 8 de agosto de 2017)

[11] Duilio Valdespino. Películas delgadas multiferroicas de YCrO₃ depositadas por ablación láser y erosión iónica: crecimiento y caracterización ferroeléctrica y magnética, Tesis de maestría UNAM. (Consultado el 20 de agosto de 2017)

[12] E. Soergel, Piezoresponse force microscopy (PFM). J. Phys. D Appl. Phys.44, 464003 (2011). Disponible en: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/44/46/464003/meta;jsessionid=D45441BAE5460B708EB60722C388B596.ip-10-40-1-105#citations> (Consultado el 11 de agosto de 2017)

[13] Roger Proksch & Sergei Kalinin. Piezoresponse Force Microscopy with Asylum Research AFM's. Disponible en: <http://www.asylumresearch.com/Applications/PFMAppNote/PFMAppNote.shtml> (Consultado el 18 de mayo del 2017)

[14] A. Haußmann, et al. Bottom-Up Assembly of Molecular Nanostructures by Means of Ferroelectric Lithography.

[15] [https://www.oxford-instruments.com/businesses/nanotechnology/asylum-research/gallery/piezoresponse-force-microscopy-\(pfm\)](https://www.oxford-instruments.com/businesses/nanotechnology/asylum-research/gallery/piezoresponse-force-microscopy-(pfm)). (Consultado el 08 de agosto del 2017)

[16] <https://bonnell.seas.upenn.edu/ferroelectric-lithography-2/>. (Consultado el 08 de agosto del 2017)

[17] <http://www.parkafm.com/index.php/park-spm-modes/mechanical-properties/251-nanolithograpy>. (Consultado el 08 de agosto del 2017)