

(19):



(11) No de publicación:

AR 096572 A1

(41) Fecha de publicación:

20.01.2016

(51) Int. Cl.:

G01N 21/84

(12)

Solicitud de Patente Independiente

(22) Fecha de presentación: **23/04/2013**

(71) Solicitante(s):

(21) Número de solicitud: **P130101355**

**CONSEJO NACIONAL DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS Y TÉCNICAS (CONICET) , AV. RIVADAVIA
1917, (1033) CDAD. AUT. DE BUENOS AIRES, AR
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA (CNEA) ,
AV. DEL LIBERTADOR 8250, (1429) CDAD. AUT. DE
BUENOS AIRES, AR**

(72) Inventor(es):

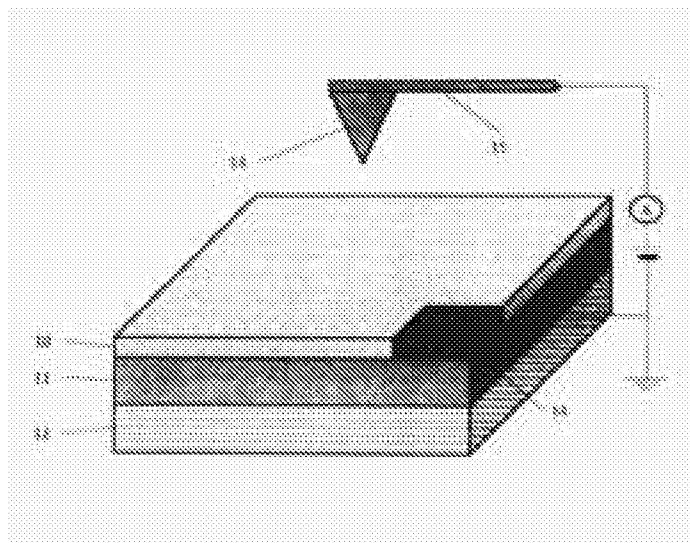
AVILES, FELIX LUIS STEVEN; MARTIN, SIRENA

(54) Título:

PROCEDIMIENTO DE CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y ESTRUCTURAL E INFORMACIÓN OBTENIDA, PARA EL ESTUDIO DE BARRERAS AISLANTES EN DISPOSITIVOS ELECTRÓNICOS CON LA CORRIENTE APLICADA EN LA DIRECCIÓN PERPENDICULAR A LA SUPERFICIE

(57) Resumen:

Un procedimiento para la caracterización de barreras aislantes para el desarrollo de dispositivos por efecto túnel utilizando un microscopio de fuerza atómica conductor, estando el procedimiento caracterizado por comprender los pasos de crecimiento de bicapas conductor/aislante con diferentes espesores de la capa aislante y estudio de las muestras en tres etapas, adquisición de imágenes de topografía y mapeo de conductividad de las muestras utilizando un microscopio de fuerza atómica conductora, medición de las curvas tensión - corriente en diferentes lugares de la muestra, obtención del valor medido, aplicar un modelo fenomenológico desarrollado para la obtención de los parámetros correspondientes al sistema, obtención de la distribución de corriente para las muestras con diferentes espesores; y obtención de la distribución de espesor de la barrera del sistema. El procedimiento de caracterización eléctrica y estructural involucra la utilización de un microscopio de fuerza atómica en su modo conductor "CAFM" (por su denominación inglesa "Conductive Atomic Force Microscopy") para la obtención simultánea de imágenes topográficas y de conductividad de la superficie de la barrera aislante en una JT, así como también permite obtener la respuesta corriente voltaje entre la superficie de contacto de la punta del CAFM y de las JT.



En caso de ser Modificatoria indicar el N° de Acta

INPI Exp.: 20130101355



Trámite: 13064282 PATENTES Importe: \$1080.-

Fecha/Hora: 23/04/2013 14:11:18.123

Solicitante: PARTICULAR

311900 600
331900 480
1080



REPUBLICA ARGENTINA

INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
ADMINISTRACION NACIONAL DE PATENTES

SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD



Hoja de

I. SOLICITANTE (S)

CANTIDAD DE SOLICITANTES

Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET)

C.U.I.T. / C.U.I.L.

30-54666038-5

Consignar Nombre y Apellido o Denominación Social (de uno de ellos el resto en ANEXO)

/ C.D.I. :

D.N.I.

Personas Físicas:

Estado Civil:

Nupcias

Nombre y apellido del cónyuge:

DNI

Rivadavia 1917

Domicilio Real: Calle: N°: Piso y Dpto.

Localidad:

CABA

C. P. N°

1033

País de Residencia:

AR

Rivadavia 1917

Domicilio Legal - Calle - N° - Localidad - Provincia

1033

Dirección de e-mail:

patentes@conicet.gov.ar

Teléfono:

49517172

Código Postal

II. OBJETO

Título de la invención

PROCEDIMIENTO DE CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y ESTRUCTURAL E INFORMACIÓN OBTENIDA, PARA EL ESTUDIO DE BARRERAS AISLANTES EN DISPOSITIVOS ELECTRÓNICOS CON LA CORRIENTE APLICADA EN LA DIRECCIÓN PERPENDICULAR A LA SUPERFICIE.

Cáncer de la Patente / Modelo de Utilidad

INDEPENDIENTE

Adicional a:

Patente N°

Solicitud N°

Divisional de la Solicitud N°

PRIORIDAD (LEY 17.011)

PAIS

NUMERO

FECHA

DEPOSITO DE MICROORGANISMOS

FECHA DE DEPOSITO

N° DE ACCESO AL DEPOSITO

Nombre de la Institución Depositaria

Domicilio de la Institución

País

Datos del Depositante

Origen del Material Biológico y Genético

INPI
Administración Nacional de Patentes
CONTROL ADMISIÓN
INTIMACIÓN ☒ NO ☐ SI

Continúa en hoja anexa:

III. SOCIEDADES

SOCIEDAD REPRESENTADA POR

Santiago Miguel Villa

DECLARA BAJO JURAMENTO QUE INVISTE EL CARÁCTER DE

APODERADO

QUIEN

MANDATO SE ENCUENTRA VIGENTE Y LA SOCIEDAD SE HALLA INSCRIPTA EN

QUE SU

Datos de Inscripción en R.P.C. / I.G.J.

Fecha:

Número

Nº Folio

Tomo:

IV. MANDATO

Poder inscripto en el I.N.P.I. bajo el número:

EN ESTE ACTO SE AUTORIZA A: (Apellido y Nombre y Nº de DNI)

Breckon Gilda DNI 22.598.196

☐ Para todas aquellas gestiones de mero tramite tales como practicar desgloses, retirar testimonios, certificados, títulos, copias y notificaciones en el expediente.

☒ Contestar vistas, desistir solicitud, realizar peticiones (solamente cuando el Autorizado sea Agente de la Propiedad Industrial)

SE ACOMPAÑA PODER

☒

AGENTE Nº

V. DECLARACION DE DIVULGACION PREVIA

A los efectos de lo indicado en el Art. 5º de la Ley 24.481, manifiesta que el presente invento ha sido divulgado previamente: ☐ NO ☐ SI/NO En caso afirmativo en fecha:

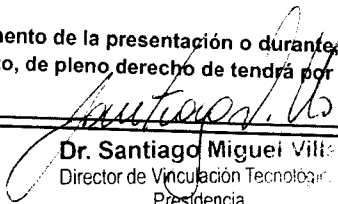
VI. OBSERVACIONES

Se procede al pago de la tasa de examen de fondo que a tal efecto prevée el decreto 260/96, modificado por el decreto 878/06.

La presente solicitud se efectúa en carácter de Gestor de Negocios a favor de la CNEA, quien se presentara a ratificar en legal termino.

Se deja constancia que los datos vertidos en el presente formulario revisten el carácter de declaración jurada; cualquier falsedad inserta en el mismo acarreará las consecuencias legales correspondientes.

NOTA: El pago del arancel correspondiente deberá concretarse al momento de la presentación o durante las dos primeras horas de atención del subsiguiente día hábil. De no ocurrir el pago en dicho plazo, de pleno derecho de tendrá por no efectuada la presentación, la que no producirá efecto alguno.


Dr. Santiago Miguel Villa

Director de Vinculación Tecnológica

Presidencia

CONICET

Firma del / los autorizado / s

Firma del solicitante o su apoderado o representante legal

USO INTERNOLA PRESENTACION CONSTA DE FOJAS**CAMBIO DE DOMICILIO/CORREO ELECTRONICO/TELEFONO:**

FECHA

Localidad:

Domicilio Real- Calle

Nº

C. P. Nº

País de Residencia:

Domicilio Legal - Calle - Nº - Localidad - Provincia

Dirección de e-mail:

Teléfono:

Codigo Postal

CAMBIO DE APODERADO / AUTORIZADO:

FECHA

Nuevo Apoderado o Autorizado:

TRANSFERENCIA O CAMBIO DE RUBRO:

INPI Exp.: 20130101355



Trámite: 13064282 PATENTES Importe: \$1080.

Fecha/Hora: 23/04/2013 14:11:18.123

Solicitante: PARTICULAR



REPUBLICA ARGENTINA

**INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
ADMINISTRACION NACIONAL DE PATENTES**

ANEXO TITULARES
Hoja de
**Título de la
invención**

PROCEDIMIENTO DE CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y ESTRUCTURAL E INFORMACIÓN OBTENIDA, PARA EL ESTUDIO DE BARRERAS AISLANTES EN DISPOSITIVOS ELECTRÓNICOS CON LA CORRIENTE APLICADA EN LA DIRECCIÓN PERPENDICULAR A LA SUPERFICIE.

**Carácter de la Patente /
Modelo de Utilidad**

INDEPENDIENTE

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

C.U.I.T. / C.U.I.L. /
C.D.I. :

CUIT: 30-54666021-0

Consignar Nombre y Apellido o Denominación Social

D.N.I.

Personas Físicas:

Estado Civil:

Nupcias

Nombre y apellido del cónyuge:

D.N.I.

Av del Libertador 8250

Domicilio Real- Calle; N°; Piso y Dpto.

Localidad:

Ciudad De Buenos Aires

C. P. N°

1429

País de Residencia:

AR

**Personas Jurídicas: Datos de
Inscripción en R.P.C. / I.G.J.**

Fecha:

Número

N° Folio

Tomo:

Dirección de e-mail:

Teléfono:

011 4704-1000

Datos del representante legal

Firma del solicitante o su representante legal

C.U.I.T. / C.U.I.L. /
C.D.I. :

Consignar Nombre y Apellido o Denominación Social

D.N.I.

Personas Físicas:

Estado Civil:

Nupcias

Nombre y apellido del cónyuge:

D.N.I.

Domicilio Real- Calle; N°; Piso y Dpto.

Localidad:

C. P. N°

País de Residencia:

**Personas Jurídicas: Datos de
Inscripción en R.P.C. / I.G.J.**

Fecha:

Número

N° Folio

Tomo:

Dirección de e-mail:

Teléfono:

Datos del representante legal

Firma del solicitante o su representante legal

PROCEDIMIENTO DE CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y ESTRUCTURAL E INFORMACIÓN OBTENIDA, PARA EL ESTUDIO DE BARRERAS AISLANTES EN DISPOSITIVOS ELECTRÓNICOS CON LA CORRIENTE APLICADA EN LA DIRECCIÓN PERPENDICULAR A LA
5 SUPERFICIE.

CAMPO DE LA INVENCION

10 La presente invención se refiere a un procedimiento de caracterización eléctrica y estructural e información obtenida, para el estudio de barreras aislantes en dispositivos electrónicos con la corriente aplicada en la dirección perpendicular a la superficie y preferentemente se refiere a método de caracterización de barreras aislantes para la optimización de dispositivos electrónicos del tipo Juntura Túnel (JT).

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Como es sabido, desde hace tiempo se viene estudiando las JT (Juntura túnel) Para una correcta optimización de los dispositivos del tipo JT, se requiere de una buena caracterización de los parámetros microscópicos de la barrera aislante,
20 relacionados con la conductividad a través de la misma. Estos parámetros permiten controlar y disminuir el ruido electrónico generado cuando se trabaja con este tipo de dispositivos. Por otro lado, una buena caracterización de la barrera aislante por sus características especiales y por la gran cantidad de sus posibles aplicaciones tecnológicas. En el caso de las junturas túnel magnéticas (JTM), cuando los electrodos
25 son materiales magnéticos, las aplicaciones van desde los cabezales de lectura o de

escritura de los discos duros hasta sensores magnéticos, filtros de spin, y emisores de radiofrecuencia.

Asimismo, las características de las junturas Josephson (JJ), cuando los electrodos son materiales superconductores, las hacen excelentes candidatas para su
5 utilización como sensores bolométricos o detectores de fotones, sensores ultrasensibles de campos magnéticos para muestras biológicas y para el desarrollo de imágenes por resonancia magnética de bajo campo. Para acceder a la amplia variedad de aplicaciones de las JT, se requiere un voltaje aplicado a través de la barrera aislante, que pueda inducir una corriente perpendicular a la superficie de la JT.

10 Para una correcta optimización de los dispositivos del tipo JT, se requiere de una buena caracterización de los parámetros microscópicos de la barrera aislante, relacionados con la conductividad a través de la misma. Estos parámetros permiten controlar y disminuir el ruido electrónico generado cuando se trabaja con este tipo de dispositivos. Por otro lado, una buena caracterización de la barrera aislante permite
15 optimizar el procedimiento de fabricación para mejorar la reproducibilidad de las propiedades de los dispositivos, y resulta crucial en el desarrollo de nuevos materiales para mejorar el desempeño de los dispositivos y en la búsqueda de nuevas funcionalidades.

Actualmente, entre los parámetros críticos que se deben conocer para
20 optimizar una barrera aislante en una JT están los siguientes: la longitud de atenuación de los portadores de carga, la altura de la barrera de potencial que separa ambos electrodos para evitar que estén en contacto físico y/o eléctrico y la distribución de espesor o la homogeneidad en el espesor de la capa aislante. La relación entre estos parámetros microscópicos y los parámetros controlables experimentalmente fue
25 deducida en un modelo teórico presentado por John G. Simmons en el artículo titulado

“Generalized Formula for the Electric Tunnel Effect between Similar Electrodes Separated by a Thin Insulating Film” publicado en la revista Journal of Applied Physics, vol 34, N° 6, fecha 01/06/1963, págs. 1793-1803. En este modelo teórico se deduce una relación entre la altura de la barrera de potencial del material y el voltaje aplicado a través de la JT.

En los artículos de I. C. Infante y otros, titulado “Functional characterization of SrTiO_3 tunnel barriers by conducting atomic force microscopy” publicado en la revista Applied Physics Letters, vol 89, N° 6, fecha 25/10/2006, pág. 172506, y de E. Z. Luo y otros titulado “Tunneling current and thickness inhomogeneities of ultrathin aluminum oxide films in magnetic tunneling junctions” publicado en la revista Journal of Applied Physics, vol 90, N° 10, fecha 15/11/2001, págs. 5202-5207, el método que se utiliza para calcular los parámetros mencionados consiste en realizar un ajuste de las curvas I-V, obtenidas con el CAFM, a una función de la forma deducida por Simmons. Uno de los problemas a solucionar al momento de caracterizar barreras aislantes es la disminución en la fluctuación de los valores de corriente obtenidas con el CAFM ocasionadas por trabajar con corrientes muy pequeñas (del orden de los pico y nanoamperios). Además se ha encontrado que el modelo propuesto en estos trabajos, no representa el comportamiento observado en estos sistemas para las corrientes típicas de trabajo del CAFM y no muestra correctamente la influencia del espesor de la barrera en la respuesta tensión – corriente en estas condiciones.

Las imágenes obtenidas por el CAFM y su análisis cuantitativo utilizando el modelo propuesto permitirá además obtener información sobre la homogeneidad en el espesor de la barrera (que determina el valor de la corriente túnel) y solucionar problemas relacionados con la falta de homogeneidad lateral en la barrera o los electrodos al momento de la fabricación de las mismas, tales como defectos de

superficie u orificios en la barrera (pinholes), que puedan afectar su reproducibilidad, siendo éste el principal inconveniente para su aplicación industrial.

RESUMEN DE LA INVENCION

5 Es un objeto de la presente invención proveer un método de caracterización eléctrica y estructural que involucra la utilización de un microscopio de fuerza atómica en su modo conductor “CAFM” (por su denominación inglesa “Conductive Atomic Force Microscopy”) para la obtención simultánea de imágenes topográficas y de conductividad de la superficie de la barrera aislante en una JT, así como también
10 permite obtener la respuesta corriente – voltaje entre la superficie de contacto de la punta del CAFM y de las JT.

Es además un objeto de la presente invención proveer un procedimiento para la caracterización de barreras aislantes para el desarrollo de dispositivos por efecto túnel utilizando un microscopio de fuerza atómica conductor, estando el procedimiento
15 caracterizado por comprender los pasos de crecimiento de bicapas conductor/aislante con diferentes espesores de la capa aislante y estudio de las muestras en tres etapas, adquisición de imágenes de topografía y mapeo de conductividad de las muestras utilizando un microscopio de fuerza atómica conductora, medición de las curvas tensión – corriente en diferentes lugares de la muestra, obtención del valor medido, aplicar un
20 modelo fenomenológico desarrollado para la obtención de los parámetros correspondientes al sistema, obtención de la distribución de corriente para las muestras con diferentes espesores; y obtención de la distribución de espesor de la barrera del sistema.

DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

Para mayor claridad y comprensión del objeto de la presente invención, se lo ha ilustrado en varias figuras, en las que se ha representado el mismo en una de las formas preferidas de realización, todo a título de ejemplo, en donde:

La figura 1 ilustra un sistema bicapa formado por un electrodo y una barrera aislante de algunas capas atómicas de espesor, para el estudio de sus propiedades eléctricas y estructurales. Esquema de las conexiones eléctricas en el modo de medición del AFM en modo conductor (CAFM).

La figura 2 es un esquema del modo de funcionamiento del microscopio de fuerza atómica en el modo conductor para la obtención simultánea de la topografía y el mapa de conductividad de las muestras a escala micro y nanoscópica.

La figura 3 es un corte transversal de la estructura bicapa de la figura 1, y esquema del funcionamiento del CAFM. La deflexión del laser, ocasionada por la rugosidad de la superficie de la muestra, que incide sobre el soporte 15 proporciona la topografía. Cuando se aplica un voltaje entre la punta conductora del CAFM y el electrodo se induce una corriente perpendicular a la superficie del sistema electrodo/bicapa.

Las figuras 4a y 4b son imágenes típicas de topografía (A) y conductividad (B) obtenidas con el CAFM en modo contacto para un sistema bicapa. Se muestra, en particular, para un sistema con un electrodo de Niobio de 50 nm y una barrera de Ba_{0.05}Sr_{0.95}TiO₃ de 0.83 nm. El área analizada es de 15 μm x 15 μm y el voltaje aplicado fue 3 V.

La figura 5 muestra el tipo de análisis estadístico de las imágenes de topografía y conductividad obtenidas con el CAFM. La distribución de valores de deflexión en el eje z proporciona la rugosidad y puede ser ajustado a una distribución normal o gaussiana. La distribución de valores de corriente se ajusta correctamente de

acuerdo al modelo propuesto. Del ancho de la distribución de corriente y utilizando los parámetros obtenidos por el método de caracterización, es posible obtener la distribución de espesor o la homogeneidad de la barrera.

La figura 6 muestra curvas $I(V)$ típicas para un sistema bicapa conductor/aislante. Se muestran para el $\text{Nb/Ba}_{0.05}\text{Sr}_{0.95}\text{TiO}_3$ con distintos espesores de la barrera aislante. Recuadro: Dependencia de los parámetros A_0 y α en función del espesor de la barrera aislante 10.

DESCRIPCION DETALLADA DEL EJEMPLO DE REALIZACION

10 Uno de los objetivos del presente invento es la optimización de barreras aislantes en dispositivos del tipo Juntura Túnel mediante un método de caracterización simple, directo y confiable utilizando un microscopio de fuerza atómica conductor (CAFM) y un nuevo modelo fenomenológico. Dicho procedimiento permite obtener parámetros críticos para el desarrollo de JTs. Este método de caracterización permite
15 además, obtener información morfológica así como también las propiedades eléctricas de las barreras aislantes. Este paso preliminar resulta fundamental para optimizar los parámetros de fabricación del sistema y para evaluar las propiedades de nuevos compuestos para su utilización como barreras túnel en el desarrollo de sistemas con nuevas funcionalidades, tales como junturas multiferroicas que permiten controlar la
20 corriente utilizando un campo magnético o un campo eléctrico [ver Bibes, M. y Barthélémy, A., "Multiferroics: Towards a magnetoelectric memory", Nature Materials, Vol 7, pag 425, (2008)].

Para la caracterización de las barreras aislantes, se deposita por medios físicos o químicos una heteroestructura formada por dos capas (bicapa): una primera
25 capa conductora (puede ser superconductora o magnética, dependiendo del tipo de JT

que se esté desarrollando) depositada sobre un sustrato y finalmente una capa aislante de algunas capas atómicas de espesor que actuará como barrera en el dispositivo.

El procedimiento de caracterización consiste básicamente en tres partes. La primera parte consiste en la obtención de imágenes topográficas y de conductividad de la superficie para las muestras con diferentes espesores de la barrera y para diferentes tensiones de polarización, utilizando el CAFM. Para lograr esto, el AFM debe operar en modo contacto. Para comenzar con el procedimiento de medición con el CAFM, se debe acercar la punta conductora del AFM a la superficie de la bicapa hasta que la punta del AFM entre en contacto con esta. Durante todo el procedimiento de obtención de las imágenes de topografía y conductividad, la fuerza ejercida por unidad de área de la punta sobre la muestra debe mantenerse constante, esto se logra controlando la deflexión de la punta, en el modo contacto del AFM. Cambios en la presión ejercida por la punta ocasionan cambios en la corriente túnel que atraviesa el aislante, debido a que la corriente que se induce a través de la barrera es proporcional al área de contacto entre la punta y la superficie de la muestra.

Las imágenes obtenidas de topografía brindarán información sobre la rugosidad de la barrera aislante y la influencia de la morfología de los electrodos y del sustrato en el crecimiento del aislante. En la referencia de M. Sirena mencionada previamente, se verificó la influencia de la rugosidad del sustrato en la calidad de la barrera aislante en este tipo de dispositivos. Asimismo, las imágenes de conductividad proporcionarán información sobre la dependencia de la corriente que atraviesa la barrera aislante en función del voltaje aplicado, de los defectos que puedan formarse en los electrodos y/o en la barrera aislante, etc. En esta etapa del estudio se puede estimar la densidad de huecos en la barrera y como disminuye al incrementar el espesor de la capa aislante. Esto permite determinar el tamaño máximo de los dispositivos (para evitar el

cortocircuito entre los electrodos) para un determinado espesor de la barrera o el espesor crítico necesario para recubrir los electrodos, para un determinado tamaño del dispositivo.

La segunda parte involucra la obtención de la respuesta corriente – voltaje (curvas $I(V)$) a través de la barrera aislante. Para la obtención de las curvas $I(V)$, el CAFM debe de operar en modo “RAMP”. En este modo de operación la punta del CAFM es ubicada en un lugar determinado sobre la superficie del aislante y se mantiene inmóvil durante la medición. Posteriormente, el CAFM varía el voltaje aplicado a través del aislante y mide simultáneamente el valor de corriente que atraviesa el sistema punta/muestra para los distintos valores de voltaje aplicado. Esta información permitirá conocer cómo aumenta la probabilidad de transmisión de los portadores de carga a través de la barrera aislante cuando aumenta el voltaje aplicado entre la punta del CAFM y el electrodo. En base al modelo fenomenológico desarrollado se ajustan los datos experimentales de la respuesta tensión-corriente realizando una regresión lineal en escala Log-Log. Esto se realiza para las muestras con diferentes espesores de la barrera. El resultado de este ajuste permite entonces obtener una descripción de la corriente túnel en el sistema como función de la tensión de polarización y del espesor de la barrera. En esta etapa del estudio, la atenuación de la corriente al incrementar el espesor de la capa aislante nos permite obtener la longitud de atenuación de los electrones en el material y estimar la altura de potencial de la barrera. Es decir, permite evaluar que tan buen aislante resulta el material en estas condiciones. Para la etapa final de la caracterización, de las imágenes de CAFM obtenidas para las muestras con diferentes espesores, se realiza un histograma de los valores de corriente medidos. Es decir se estudia la distribución de corriente de las muestras.

Esta distribución de corriente es típica de estos sistemas y se debe a la distribución o inhomogeneidad en el espesor de la barrera. Suponiendo una distribución Gaussiana o normal de espesores en la muestra y utilizando el modelo con los ajustes realizados en la segunda etapa, es posible obtener la distribución de corriente correspondiente. Se ajustan los parámetros de la distribución de espesor de la barrera para reproducir la distribución de corriente observada en las muestras. Esta etapa permite obtener información sobre la homogeneidad en espesor de las muestras y su correlación con la topografía de las mismas.

La primera fase del procedimiento comprende fabricar, por métodos físicos o químicos, un sistema básico de bicapas compuesto de un electrodo y de una barrera aislante, como el esquematizado en la figura 1, que será sometido al procedimiento de caracterización. Este sistema de bicapas es un paso intermedio en la fabricación de una JT. Consta de una bicapa 10-11 que se deposita sobre un sustrato cristalino 12, formada por una capa (superconductora o magnética) 11 y una capa delgada 10 que actuará como barrera. Para fabricar la bicapa 10-11, sobre un sustrato mono-cristalino (SrTiO_3 , MgO o safiro) 12 se deposita por ejemplo por medios físicos, como sputtering, deposición por pulsos de láser o co-evaporación reactiva, una capa 11 de material superconductor de alta temperatura crítica como $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ para formar una Juntura Josephson o un material magnético como $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ para formar una Juntura Túnel Magnética, con espesores típicos entre 50 y 200 nm. La capa 11 compone el electrodo inferior de la JT. Posteriormente se deposita una capa delgada 10 del material que actuará como barrera, el cual puede ser un óxido aislante como titanato de estroncio (SrTiO_3), óxido de magnesio (MgO), óxido de aluminio (Al_2O_3), etc. El espesor de la barrera 10 es típicamente de entre 1 y 10 nm. Para realizar una caracterización satisfactoria es necesaria la fabricación de distintos sistemas bicapas variando sistemáticamente el

espesor de la barrera aislante para un mismo electrodo. El procedimiento descrito a continuación se refiere a la caracterización de un determinado sistema bicapa y deberá ser repetido para todas las bicapas fabricadas. A continuación se monta la muestra en el CAFM (ver esquema de modo de funcionamiento en la Figura 2). Para aplicar el voltaje a la muestra, se polariza la punta del CAFM con una tensión de polarización. Posteriormente, se accede al electrodo inferior retirando parte de la barrera con alguna herramienta punzo-cortante (por ejemplo, un lápiz con punta de diamante). Inmediatamente se cubre el acceso al electrodo inferior con una gota de pintura de plata 14, de tal forma que parte de la pintura de plata esté en contacto con la tierra eléctrica del CAFM. Esto asegurará que la los portadores de carga lleguen a la punta conductora 13 del CAFM partiendo del electrodo 11 y atravesando la barrera aislante 10 (configuración de corriente perpendicular a la superficie de la muestra).

Una vez colocado el contacto eléctrico, se acerca la punta 13 del CAFM hacia la superficie de la barrera aislante 10 hasta entrar en contacto con ésta. Cuando la punta 13 del CAFM entra en contacto con la superficie de la barrera aislante 10, el soporte 15 de la punta 13 se dobla haciendo que el laser 19 se desplace verticalmente, como se observa en la Figura 3. La deformación del soporte 15 de la punta 13 se mide por el método LDB (por sus siglas en ingles: laser deflection beam) en el cual un láser es reflejado en el soporte 15 donde se encuentra la punta 13 e incide entre dos sensores sensibles a la luz (fotodiodos) 18. Esta señal de desplazamiento se utiliza para detectar los cambios de topografía de la superficie de la muestra 10, permitiendo obtener información sobre la rugosidad de la superficie. La señal de desplazamiento sirve también para controlar, utilizando un lazo de control, que la fuerza que ejerce la punta 13 en contacto con la superficie de la muestra 10 se mantenga constante durante todo el procedimiento de medición.

Cuando la punta 13 está en contacto con la superficie de la muestra 10 y se polariza con una tensión eléctrica respecto de la misma, circula una corriente entre la punta 13 y la muestra 10. El microscopio con un módulo para mediciones eléctricas es capaz de medir en forma simultánea tanto la corriente que pasa por la punta 13, como la desviación del láser 19 en los sensores 18. Esto permite obtener mapas simultáneos de la topografía y de la conductividad de la muestra 10. En las Figuras 4A y 4B se muestra un ejemplo de imágenes de topografía y conductividad obtenidas en la misma zona con el CAFM de una bicapa que está conformada por un electrodo 11 del metal superconductor Niobio (Nb) de 50 nm de espesor y por una barrera aislante 10 del óxido ferroeléctrico $\text{Ba}_{0.05}\text{Sr}_{0.95}\text{TiO}_3$ (BSTO) de 0.83 nm de espesor. El área analizada es de $15\text{ }\mu\text{m} \times 15\text{ }\mu\text{m}$. En la imagen 4A se muestra la topografía de la superficie del BSTO y la imagen 4B muestra un mapa de la corriente que se induce perpendicular a la superficie de la muestra 10 cuando se aplica un voltaje de 3 V. La información que se obtiene de estas imágenes puede hacerse estadísticamente de la siguiente manera: cada una de las imágenes está formada por una matriz de 256×256 píxeles, lo que genera 65536 datos (la resolución se puede ajustar en el CAFM permitiendo variar el número de datos disponibles en cada medición). En las imágenes de topografía, el color de cada píxel está asociado a un valor de desplazamiento vertical del soporte 15 de la punta 13 del CAFM, mientras que, en las imágenes de conductividad, el color de cada píxel representa un valor de corriente que atraviesa el área común entre la punta 13 y la superficie de la barrera 10. Colocando los datos de cada una de las imágenes en un histograma se obtiene la rugosidad de la superficie de la muestra 10 y el valor medio de la corriente que atraviesa el área analizada con el CAFM. En la Figura 6 se muestra los histogramas correspondientes a las imágenes mostradas en las figuras 4A y 4B. Como se observa en la Figura 5, la distribución de desplazamientos de la punta sobre la superficie

de la bicapa 10-11 corresponde a una distribución gaussiana. El valor de la desviación estándar obtenido de la distribución corresponde a la rugosidad de la bicapa 10-11.

La segunda fase en la caracterización de la barrera aislante 10, involucra la obtención de curvas $I(V)$. Para la obtención de las curvas $I(V)$ se debe cambiar el modo de operación del CAFM a modo "RAMP". A diferencia del modo contacto utilizado para la obtención de los mapeos de topografía y conductividad, en el modo "RAMP" la punta 13 se mantiene en una determinada posición y presión sobre la superficie mientras varía el voltaje aplicado entre el electrodo 11 y la punta 13. En la Figura 6 se muestra un ejemplo de curvas $I(V)$ típicas obtenidas para un sistema de bicapas de Nb/BSTO para distintos espesores de la capa aislante 10. Para proceder con el método de caracterización es necesario la obtención de varias curvas $I(V)$ en diferentes lugares de la muestra para poder promediarlas y sacar una curva media, representativa de la misma. Adicionalmente, realizar el promedio de varias curvas tensión – corriente permite reducir el ruido eléctrico del sistema y resulta fundamental para mejorar la calidad y reproducibilidad del estudio. Posteriormente, las curvas $I(V)$ obtenidas deben ser ajustadas según el siguiente modelo fenomenológico propuesto:

$$\ln(I(V,d)) = A_0(d) + \alpha(d) \cdot \ln(V) \quad (1)$$

La expresión (1) proporciona un mejor ajuste de las curvas $I(V)$ obtenidas con el CAFM que los modelos actuales. Considerando que $A_0(d)$ y $\alpha(d)$ dependen linealmente con el espesor d de la barrera aislante 10, como se ha observado en los sistemas previamente estudiados, la ecuación (1) puede expresarse de la siguiente manera:

$$\ln(I(V,d)) = (a_0 + a' \cdot d) + (\alpha_0 + \alpha' \cdot d) \cdot \ln(V) \quad (2)$$

$$I = e^{a_0} V^{\alpha_0} e^{\lambda}, \quad (3)$$

5 donde $\lambda = (|a'| - \alpha' \ln V)^{-1}$ es la longitud de atenuación de los portadores de carga en la barrera, $a_0 = A_0(d=0)$; $\alpha_0 = \alpha(d=0)$; $a' = \frac{\partial A_0}{\partial d}$ y $\alpha' = \frac{\partial \alpha}{\partial d}$ ($a' < 0$).

En la Figura 5, se observan curvas $I(V)$ típicas de este tipo de sistemas, en particular se muestra para el sistema de bicapas Nb/Ba_{0.05}Sr_{0.95}TiO₃ obtenidas con el CAFM en modo RAMP. De acuerdo con el modelo propuesto, hay un crecimiento potencial de la corriente al aumentar la tensión de polarización y una reducción exponencial de la corriente cuando aumenta el espesor de la barrera aislante 10. Utilizando la expresión (2) se obtiene la dependencia de los parámetros $A_0(d)$ y $\alpha(d)$ con el espesor de la barrera aislante 10. Esta dependencia, generalmente lineal, permite obtener el valor de los parámetros a_0 , a' , α_0 y α' , correspondientes a la expresión (3).
15 Utilizando el valor de α_0 y de a_0 , los valores de corriente para cada valor de voltaje aplicado a través de la bicapa cumplen la siguiente relación:

$$\ln\left(\frac{I}{V^{\alpha_0}}\right) = a_0 - \frac{d}{\lambda} \quad (4)$$

20 De la ecuación (4) se obtiene la longitud de atenuación de los portadores de carga. Esto se logra dividiendo los valores de corriente de las curvas $I(V)$, por el valor de voltaje correspondiente elevado al valor de α_0 obtenido de la expresión (3) y graficando este valor en función del espesor de la barrera d . Finalmente se realiza el ajuste lineal correspondiente. Una estimación del valor de la altura de la barrera de potencial se obtiene utilizando el valor calculado para la longitud de atenuación de los
25

portadores de carga y utilizando la expresión deducida por John Simmons en la referencia mencionada anteriormente:

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{8\pi\sqrt{2m_{ef}}}{3heV} \phi^{3/2} = K \frac{\phi^{3/2}}{V} \quad (3)$$

5

donde h es la constante de Planck, m_{ef} es la masa efectiva de los portadores de carga y V es el voltaje aplicado. Los valores de los parámetros obtenidos dependen de los sistemas estudiados. Los sistemas que son mejores aislantes presentan una mayor energía de barrera y una menor longitud de atenuación de los portadores de carga. Esta información permite entonces, evaluar el desempeño de un nuevo material o compuesto como barrera para el desarrollo de estos dispositivos.

10

En la tercera etapa, de las imágenes de CAFM obtenidas para las muestras con diferentes espesores, se obtiene la distribución de corriente y se realiza un histograma de los valores de corriente medidos. Esta distribución de corriente es una distribución Log-normal, esto se debe a la dependencia exponencial de la corriente con el espesor de la barrera y una distribución Gaussiana del mismo (por definición si X tiene una distribución Gaussiana de valores $Y = \exp(X)$, tiene una distribución Log-normal). Asumiendo una distribución Gaussiana o normal de espesores de la barrera y utilizando el modelo con los ajustes realizados en la segunda etapa, es posible obtener la distribución de corriente correspondiente. Se ajustan los parámetros de la distribución de espesor de la barrera para reproducir la distribución de corriente observada en las muestras. Esta etapa permite obtener información sobre la homogeneidad del espesor de barrera y su correlación con la rugosidad topográfica de las mismas.

20

El presente método de caracterización permite analizar micro y macroscópicamente parámetros relacionados con la conductividad y topografía de sistemas bicapas para la fabricación de dispositivos electrónicos del tipo junturas túnel.

REIVINDICACIONES

Habiendo así especialmente descrito y determinado la naturaleza de la presente invención y la forma como la misma ha de ser llevada a la práctica, se declara reivindicar como de propiedad y derecho exclusivo:

5

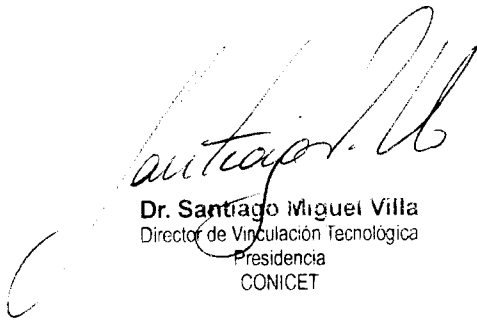
1. Un procedimiento para la caracterización de barreras aislantes para el desarrollo de dispositivos por efecto túnel utilizando un microscopio de fuerza atómica conductor, estando el procedimiento caracterizado por comprender los pasos de:

- a) crecimiento de bicapas conductor/aislante con diferentes espesores de la
10 capa aislante y estudio de las muestras en tres etapas,
- b) adquisición de imágenes de topografía y mapeo de conductividad de las muestras utilizando un microscopio de fuerza atómica conductora,
- c) medición de las curvas tensión – corriente en diferentes lugares de la muestra,
- 15 d) obtención del valor en el paso c)
- e) aplicar un modelo fenomenológico desarrollado para la obtención de los parámetros correspondientes al sistema,
- f) obtención de la distribución de corriente para las muestras con diferentes espesores; y
- 20 g) obtención de la distribución de espesor de la barrera del sistema.

2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el espesor de la capa aislante es de algunas capas atómicas de espesor.

3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque dicha capa aislante define una barrera en el dispositivo

4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque
5 el modelo fenomenológico desarrollado en el paso e) es representado por $\ln(I(V,d))=A_0(d)+\alpha(d).\ln(V)$.



Dr. Santiago Miguel Villa
Director de Vinculación Tecnológica
Presidencia
CONICET

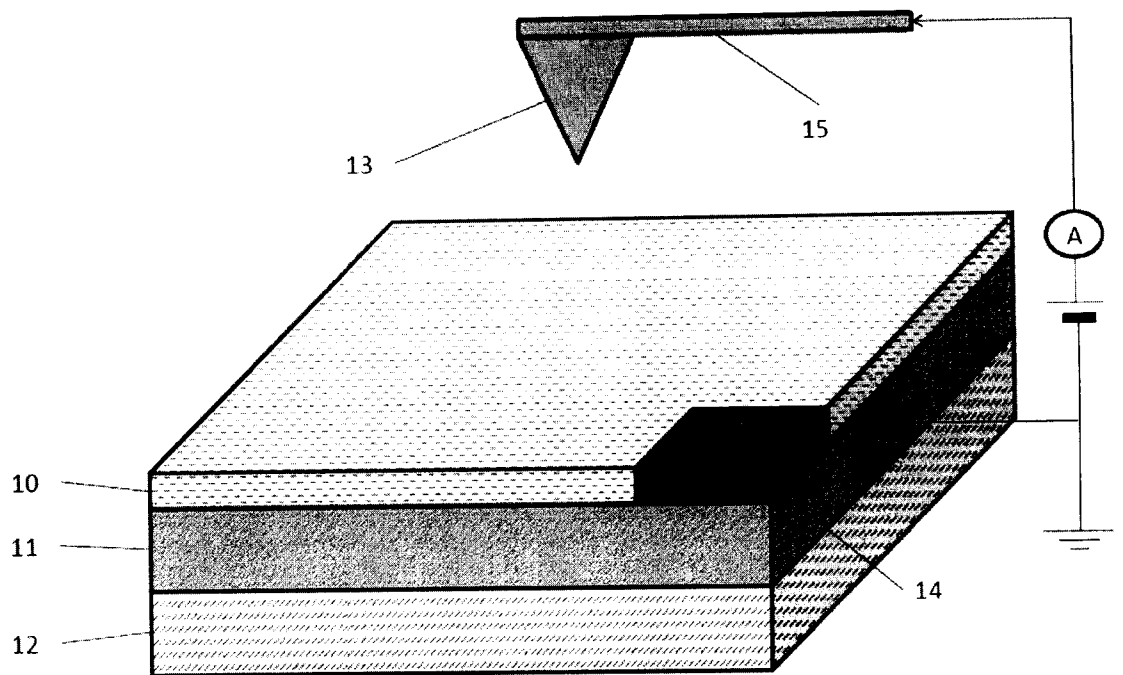


FIG. 1

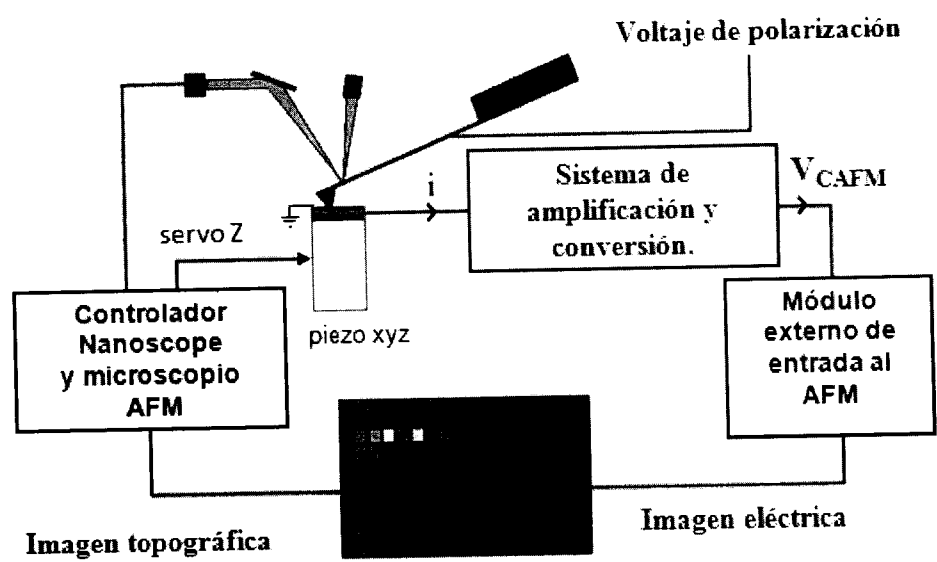


FIG. 2

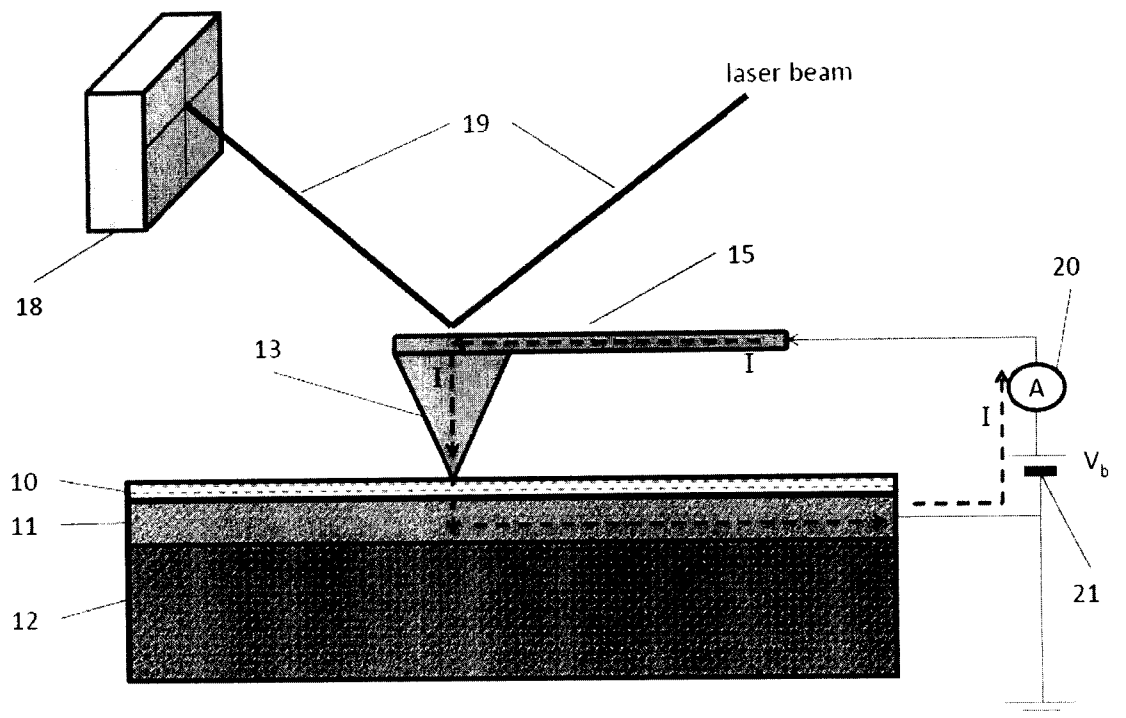


FIG. 3

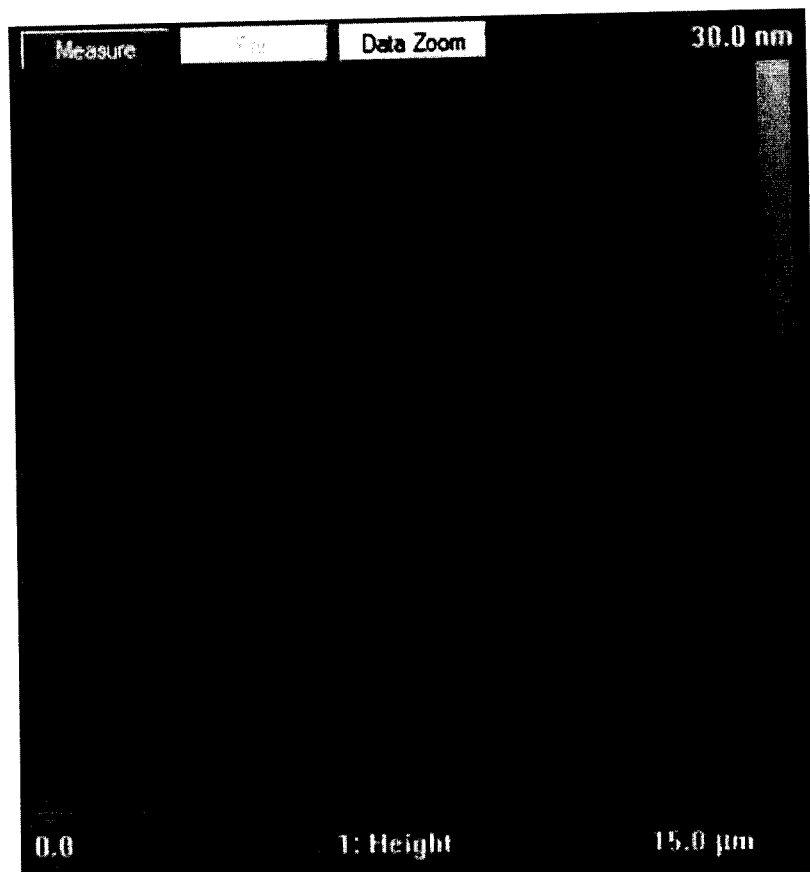


FIG. 4 A

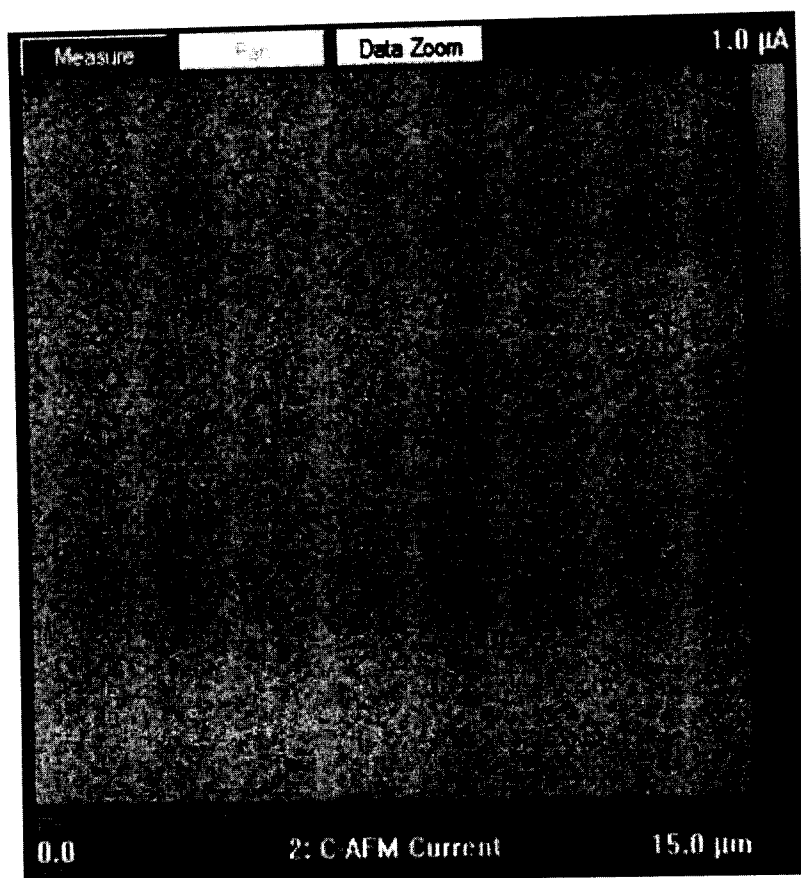


FIG. 4 B

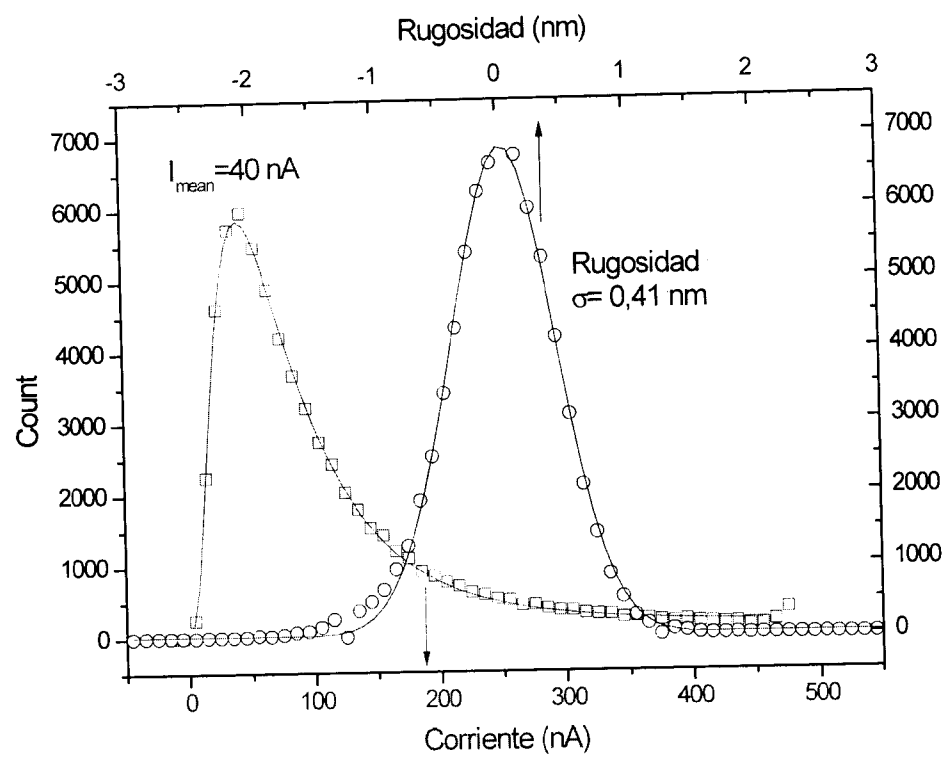


FIG. 5

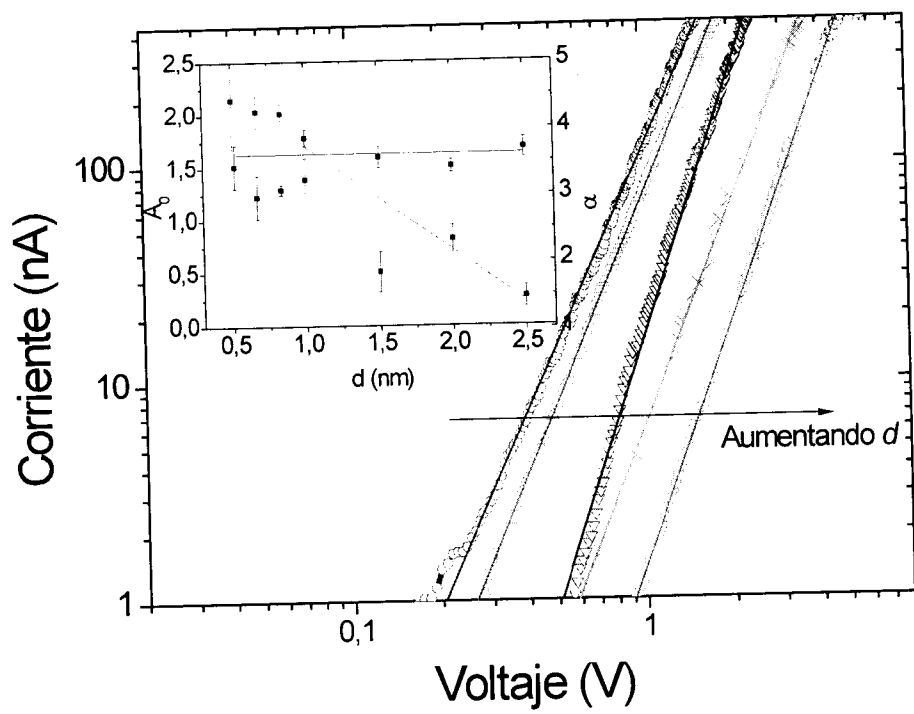


FIG. 6

RESUMEN

Un procedimiento para la caracterización de barreras aislantes para el desarrollo de dispositivos por efecto túnel utilizando un microscopio de fuerza atómica conductor, estando el procedimiento caracterizado por comprender los pasos de crecimiento de bicapas conductor/aislante con diferentes espesores de la capa aislante y estudio de las muestras en tres etapas, adquisición de imágenes de topografía y mapeo de conductividad de las muestras utilizando un microscopio de fuerza atómica conductora, medición de las curvas tensión – corriente en diferentes lugares de la muestra, obtención del valor medido, aplicar un modelo fenomenológico desarrollado para la obtención de los parámetros correspondientes al sistema, obtención de la distribución de corriente para las muestras con diferentes espesores; y obtención de la distribución de espesor de la barrera del sistema. El procedimiento de caracterización eléctrica y estructural involucra la utilización de un microscopio de fuerza atómica en su modo conductor “CAFM” (por su denominación inglesa “Conductive Atomic Force Microscopy”) para la obtención simultánea de imágenes topográficas y de conductividad de la superficie de la barrera aislante en una JT, así como también permite obtener la respuesta corriente – voltaje entre la superficie de contacto de la punta del CAFM y de las JT.

PARA

INPI Exp.: 20130101355

AL



Trámite: 13064282 PATENTES Importe: \$1080.-

Fecha/Hora: 23/04/2013 14:11:18.123

Solicitante: PARTICULAR



REPUBLICA ARGENTINA

II

ADMINISTRACION NACIONAL DE PATENTES



HOJA TECNICA

(10) PUBLICACION N°: AR (12) ☒ PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DE UTILIDAD(21) SOLICITUD N° (51) INT. CL: (22) FECHA DE SOLICITUD

(71) SOLICITANTE (S):

(30) DATOS DE PRIORIDAD

CONICET/CNEA

(41) FECHA DE PUBLICACION

BOLETIN N°

(72) INVENTOR (ES):

(61) ADICIONAL A: AVILES FELIX LUIS STEVEN;
MARTIN SIRENA(62) DIVISIONAL DE: (74) AGENTE N°: (83) DEPOSITO DE MICROORGANISMOS

(54) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO DE CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y ESTRUCTURAL E INFORMACIÓN OBTENIDA, PARA EL ESTUDIO DE BARRERAS AISLANTES EN DISPOSITIVOS ELECTRÓNICOS CON LA CORRIENTE APLICADA EN LA DIRECCIÓN PERPENDICULAR A LA SUPERFICIE.

(57) RESUMEN:

Un procedimiento para la caracterización de barreras aislantes para el desarrollo de dispositivos por efecto túnel utilizando un microscopio de fuerza atómica conductor, estando el procedimiento caracterizado por comprender los pasos de crecimiento de bicapas conductor/aislante con diferentes espesores de la capa aislante y estudio de las muestras en tres etapas, adquisición de imágenes de topografía y mapeo de conductividad de las muestras utilizando un microscopio de fuerza atómica conductora, medición de las curvas tensión – corriente en diferentes lugares de la muestra, obtención del valor medido, aplicar un modelo fenomenológico desarrollado para la obtención de los parámetros correspondientes al sistema, obtención de la distribución de corriente para las muestras con diferentes espesores; y obtención de la distribución de espesor de la barrera del sistema. El procedimiento de caracterización eléctrica y estructural involucra la utilización de un microscopio de fuerza atómica en su modo conductor "CAFM" (por su denominación inglesa "Conductive Atomic Force Microscopy") para la obtención simultánea de imágenes topográficas y de conductividad de la superficie de la barrera aislante en una JT, así como también permite obtener la respuesta corriente – voltaje entre la superficie de contacto de la punta del CAFM y de las JT.

FIGURA MAS REPRESENTATIVA N°: