

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”

Dispositivos de memoria basados en TiO_2 :
fabricación y caracterización en ambientes
hostiles mediante un controlador dedicado (*)

por Lic. Mariano Barella

Director
Dr. Ing. Federico Golmar
Co-director
Dr. Pablo Levy

(*) Tesis para optar por el título de *Doctor en Ciencia y Tecnología,*
mención Física

República Argentina
2018

Resumen

En los últimos años han emergido un gran número de alternativas a las memorias flash contemporáneas. Una de las tecnologías candidatas son las memorias ReRAM. El principio de funcionamiento de esta tecnología es la Conmutación de Resistencia: el cambio reversible y no-volátil de la resistencia eléctrica de un material frente a la aplicación de estímulos eléctricos. El efecto se manifiesta en una gran variedad de óxidos. En esta Tesis, trabajamos con TiO_2 formando una estructura tipo capacitor, metal-óxido-metal, que hemos construido utilizando procesos de fabricación en sala limpia. Mediante técnicas como fotolitografía, *sputtering*, ataques húmedos y secos fabricamos dispositivos de geometría vertical para estudiar sus propiedades eléctricas. Estudiamos la física asociada al mecanismo de conmutación y sus mecanismos de conducción. Encontramos que los dispositivos fabricados por procesos tipo *lift-off* presentan gran variabilidad en sus características eléctricas. Hallamos que modificando el electrodo inferior del dispositivo se mejora el rendimiento de la producción, en tanto que el mecanismo de conmutación y su carácter bipolar no fueron afectados por estas modificaciones.

Además de la aplicación en circuitos lógicos como memorias, el fenómeno de la Conmutación de Resistencia puede ser explotado en áreas como diagnóstico médico por imágenes, detección de partículas en física experimental y en la industria aeroespacial. Esto es debido a su gran tolerancia frente a radiación ionizante en comparación a la tecnología CMOS utilizada actualmente. Estudiamos el comportamiento eléctrico de dispositivos basados en TiO_2 en ambientes hostiles con radiación ionizante. Evaluamos su robustez en presencia de partículas cargadas y rayos gamma. Particularmente, encontramos que soportan altas fluencias de protones de alta energía y pueden operar en

órbitas de baja altitud.

Entre los entornos de radiación ionizante donde caracterizaremos a los dispositivos encontramos aceleradores de partículas como fuente de protones y satélites en órbitas terrestres de baja altitud. La necesidad de realizar mediciones en forma remota y con un instrumento portátil en dichos entornos motivó el desarrollo del controlador LabOSat (acrónimo de “*Laboratory On a Satellite*”). Debido a que durante las últimas décadas el sector de investigación y desarrollo dedicado a la ciencia espacial ha recurrido al uso de satélites siguiendo la norma CubeSat para realizar sus experimentos, diseñamos a LabOSat para maximizar la compatibilidad con este formato de satélites.

El diseño y desarrollo del controlador LabOSat se realizó para operar en entornos con condiciones extremas como baja presión, baja temperatura y radiación ionizante. Como resultado, conseguimos desarrollar un instrumento de dimensiones reducidas, liviano, portátil, con tolerancia a radiación y de bajo costo dedicado a la caracterización de componentes electrónicos en ambientes hostiles. Hemos validado al controlador como plataforma experimental para el estudio de dispositivos luego de ensayarlo en ambientes hostiles: LabOSat superó exitosamente pruebas de concepto en órbitas de baja altitud, soportó fluencias de protones de alta energía y demostró operar correctamente bajo altos flujos de neutrones térmicos y epitérmicos. Dicha validación nos permitió utilizar LabOSat para estudiar celdas de memoria de TiO_2 en órbitas a 500 km sobre el nivel del mar.

Abstract

In recent years, a large number of alternatives to contemporary flash memories have emerged. ReRAM memories are one of the candidate technologies. The principle of operation of this technology is Resistance Switching: the reversible and non-volatile change of the electrical resistance of a material against the application of electrical stimuli. The effect is exhibited in a wide variety of oxides. In this Thesis, we work with TiO_2 forming a metal-oxide-metal capacitor-like structure which we have built using manufacturing processes within clean room facilities. Through techniques such as photolithography, sputtering, wet and dry attacks we manufacture vertical geometry devices to study their electrical properties. We study the physics associated with the switching mechanism and its driving mechanisms. We find that the devices manufactured by processes type lift-off present great variability in their electrical characteristics. We found that modifying the lower electrode of the device improves the yield of production, while the switching mechanism and its bipolar character were not affected by these modifications.

In addition to logic circuits such as memories, Resistive Switching can be exploited in areas such as medical imaging diagnosis, particle detection in experimental physics and in the aerospace industry. This is due to its great tolerance against ionizing radiation compared to the currently used CMOS technology. We study the electrical behavior of TiO_2 -based devices in hostile environments with ionizing radiation. We evaluate its hardness in the presence of charged particles and gamma rays. In particular, we find that they withstand high fluences of high-energy protons and can operate in low-altitude orbits.

Among the hazardous environments where we characterize the devices, we find particle accelerators as a source of protons and satellites in Low Earth Orbits. The need to perform measurements remotely using a compact instrument in these environments motivated the development of custom controller named LabOSat (acronym for “*Laboratory On a Satellite*”). Due to the fact that during the last decades the research and development sector devoted to space science has been using satellites following the CubeSat standard to carry out their experiments, we designed LabOSat to maximize compatibility with this satellite format.

The design and development of the LabOSat controller was carried out to operate in environments with extreme conditions such as low pressure, low temperature and ionizing radiation. As a result, we were able to develop an instrument of reduced dimensions, light-weight, portable, with tolerance to radiation and low cost dedicated to the characterization of electronic components in hostile environments. We have validated the controller as an experimental platform for the study of devices after testing it in hostile environments: LabOSat successfully passed proof-of-concept tests in Low Earth Orbits, withstood fluences of high-energy protons and proved to operate correctly under high fluxes of thermal neutrons and this validation allowed us to use LabOSat to study memory cells of TiO_2 in orbits at 500 km above sea level.

Agradecimientos

Al estado argentino por brindarme la posibilidad de estudiar en Universidades Nacionales públicas, gratuitas y de calidad. Al sistema de Ciencia y Técnica nacional que, con sus defectos y virtudes, pudo ofrecerme las herramientas necesarias para llevar adelante la investigación y los desarrollos que dieron lugar a esta Tesis.

A todo grupo del CMNB, con quienes di los primeros pasos en sala limpia. A Laura y Mijal por su cariño y calidez. A Gustavo, Anahí y Leandro, los gurúes de la química, por su paciencia y predisposición. A Pablo y Luciano por sus charlas y discusiones durante las largas horas en el FIB. A todo ellos por su compañerismo desde el primer día.

A todo el grupo MeMO, especialmente a Mercedes, Cynthia y Néstor, con quienes además de discutir experimentos y resultados compartí tardes con mates y anécdotas que recuerdo con cariño. Al grupo de LabOSat, especialmente a Gabriel y Fernando, piezas fundamentales para el desarrollo del controlador. Por su profesionalismo y dedicación aún después de pasar noches en vela, trabajando para una misión. A José y Mariano por estar siempre dispuestos a resolver mis inquietudes sobre radiación y semiconductores. A Ricardo, Elvira y Jérôme por su tiempo y sus enseñanzas sobre fabricación durante mi estadía en el INL.

A mis amigos, especialmente a es-importante, por seguir juntos después de tanto años. Por las risas de cada momento compartido. A Julián, por el inquebrantable vínculo. Por su entrañable amistad. Por sus charlas y reflexiones. A mis compañeros de estudio, especialmente a Ignacio, por enseñarme a pensar los problemas desde otra perspectiva.

VIII

A mis directores, Federico y Pablo, por abrirme las puertas al mundo de la micro y nanofabricación. Por iniciarme en la investigación. Por enseñarme a abordar los problemas con criterio. Por el empuje y la confianza depositada.

A mis viejos, por transmitirme su inmensa alegría. Por ser un ejemplo de esfuerzo y dedicación. Por su interés constante. Por escucharme y cuidarme siempre. A mis hermanos, por el apoyo. Por nuestra unión, llena de cariño y afecto. A ellos, a mi familia, por sus consejos a tiempo.

A Ana, mi geofísica favorita. Por ser mi compañera de aventuras. Por soportarme durante el pesado proceso de escritura. Por escucharme y contenerme en los momentos críticos. Por la elección de transitar juntos lo que viene.

Acrónimos

Por orden alfabético.

ADC	Conversión Analógica a Digital (<i>Analog to Digital Converter</i>)
AFM	Microscopio de fuerza atómica (<i>Atomic Force Microscope</i>)
ALD	Depósito de capa atómica (<i>Atomic Layer Deposition</i>)
BE	Electrodo inferior (<i>Bottom Electrode</i>)
BEOL	Segunda parte del proceso de fabricación de un IC (<i>Back End Of Line</i>)
BJT	Transistor de unión bipolar (<i>Bipolar Junction Transistor</i>)
CMOS	Metal óxido semiconductor complementarios (<i>Complementary Metal Oxide Semiconductor</i>)
COTS	Componente tomado del estante (<i>Commercial Off-The-Shelf</i>)
CVD	Depósito químico de vapor (<i>Chemical Vapor Deposition</i>)
DAC	Conversión Digital a Analógica (<i>Digital to Analog Converter</i>)
DIP	Encapsulado de doble hilera de agujeros pasantes (<i>Dual In-line Package</i>)
DUT	Dispositivo bajo prueba (<i>Device Under Test</i>)
EBL	Litografía por haz de electrones (<i>Electron Beam Lithography</i>)
EDS	Espectroscopía por dispersión de rayos X (<i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>)
EFO	Descarga eléctrica para WB (<i>Electrical Flame-Off spark</i>)
EGS	Silicio de grado electrónico (<i>Electronic Grade Silicon</i>)
FET	Transistor de efecto de campo (<i>Field Effect Transistor</i>)
FIB	Haz de iones enfocado (<i>Focused Ion Beam</i>)
GPIO	Entrada/Salida de propósito general (<i>General Purpose Input/Output</i>)
HR	Alta resistencia (<i>High Resistance</i>)

HRS	Estado de alta resistencia (<i>High Resistance State</i>)
HSL	Curva de estado remanente (<i>Hysteresis Switching Loop</i>)
IC	Circuito integrado (<i>Integrated Circuit</i>)
IPA	Alcohol isopropílico (<i>Isopropyl alcohol</i>)
I+D	Investigación y Desarrollo
LEO	Órbitas de baja altitud (<i>Low Earth Orbits</i>)
LET	Transferencia de energía lineal (<i>Linear Energy Transfer</i>)
LDO	Regulador de voltaje (<i>Low Dropout Voltage Regulator</i>)
LDW	Escritura directa por láser (<i>Laser Direct Writing</i>)
LR	Baja resistencia (<i>Low Resistance</i>)
LRS	Estado de baja resistencia (<i>Low Resistance State</i>)
MCU	Microcontrolador (<i>Microcontroller Unit</i>)
MIC	Revelador con contenido de iones metálicos (<i>Metal Ion Container</i>)
MIF	Revelador libre de iones metálicos (<i>Metal Ion Free</i>)
MOS	Metal óxido semiconductor (<i>Metal Oxide Semiconductor</i>)
OI	Iones de oxígeno (<i>Oxygen Ions</i>)
OV	Vacancias de oxígeno (<i>Oxygen Vacancies</i>)
PCB	Placa de circuito impreso (<i>Printed Circuit Board</i>)
PLD	Depósito por ablación láser pulsada (<i>Pulsed Laser Deposition</i>)
ppm	partes por millón
ppma	partes por millón de átomos
ppb	partes por mil millones
PVD	Depósito físico de vapor (<i>Physical Vapor Deposition</i>)
RS	Conmutación de resistencia (<i>Resistive Switching</i>)
sccm	Centímetros cúbicos por minuto a presión y temperatura determinadas (<i>Standard Cubic Centimeters per Minute</i>)
SCLC	Corriente limitada por carga espacial (<i>Space Charge Limited Current</i>)
SEM	Microscopio de barrido de electrones (<i>Scanning Electron Microscope</i>)
SIMS	Espectroscopía de masas por iones secundarios (<i>Secondary Ion Mass Spectroscopy</i>)
SMD	Dispositivo de montaje superficial (<i>Surface-Mount Device</i>)
SMU	Unidad de medición y alimentación (<i>Source Measure Unit</i>)
SOI	Silicio sobre aislante (<i>Silicon On Insulator</i>)

SOIC	Encapsulado de doble hilera tipo SMD (<i>Small Outline Integrated Circuit</i>)
SPI	<i>Serial Peripheral Interface</i>
SVS	Subsistema de registro de tensión (<i>Supervisor Voltage Subsystem</i>)
TE	Electrodo superior (<i>Top Electrode</i>)
TEM	Microscopio de transmisión de electrones (<i>Transmission Electron Microscope</i>)
TID	Dosis total ionizante (<i>Total Ionizing Dose</i>)
US	Energía de ultrasonido (<i>Ultrasonic energy</i>)
WB	Soldadura de alambre (<i>Wire-Bonding</i>)
XPS	Espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (<i>X-Ray Photoelectron Spectroscopy</i>)
XRD	Difracción de rayos X (<i>X-Ray Diffraction</i>)

Índice general

Resumen	III
Abstract	v
Agradecimientos	VII
Acrónimos	IX
Índice general	XIII
1. Introducción	1
1.1. Motivación	4
1.2. Organización de la Tesis	5
2. Fundamentos	7
2.1. Conmutación de resistencia	7
2.2. Tecnologías de memoria y sus aplicaciones	10
2.3. Mecanismos de conducción en estructuras MIM	13
2.4. Efectos inducidos por radiación en estructuras MIM	15
2.4.1. Dispositivos de estado sólido en ambientes hostiles	21
3. Técnicas de fabricación	25

3.1. Técnicas de litografía	26
3.1.1. Litografía óptica	28
3.2. Crecimiento de películas delgadas	35
3.2.1. <i>Sputtering</i>	37
3.3. Técnicas de ataque a superficies	41
3.3.1. Ataque húmedo	42
3.3.2. Ataque por plasma	43
3.4. Empaquetamiento de IC y dispositivos electrónicos	45
3.4.1. Corte de oblea	45
3.4.2. Soldadura de alambre termosónica	46
3.4.3. Colocación de la resina epoxi	50
4. Técnicas de caracterización	53
4.1. Técnicas de microscopía	53
4.1.1. SEM	54
4.1.2. STEM y TEM	56
4.1.3. FIB	58
4.1.4. AFM	60
4.2. Técnicas de caracterización eléctrica	62
 I Conmutación de resistencia en dispositivos ba-	
sados en TiO_2	67
 5. Dispositivos en arreglos <i>cross-bar</i>	69
5.1. Microfabricación de <i>cross-bar</i>	69
5.2. Caracterización topográfica y estructural	73
5.2.1. Rugosidades de los materiales depositados	77

5.2.2. Difracción de rayos X	82
5.3. Caracterización eléctrica	85
5.3.1. Electroformado	85
5.3.2. Conmutación de resistencia	89
5.3.3. Mecanismos de conducción en HRS y LRS	91
5.3.4. Confiabilidad	96
5.3.5. Dispositivos reproducibles y variabilidad	99
5.4. Discusión	103
6. Reducción de dispositivos a celdas <i>cross-point</i>	107
6.1. Microfabricación de celdas <i>cross-point</i>	108
6.2. Caracterización morfológica	116
6.3. Caracterización eléctrica	125
6.3.1. Electroformado	127
6.3.2. Conmutación y conducción eléctrica	137
6.4. Discusión	146
7. Conclusiones parciales	149
 II LabOSat: un controlador dedicado	 151
8. Desarrollo del controlador	153
8.1. Objetivo y diseño del sistema	154
8.1.1. Primera versión: MeMOSat	155
8.2. Hardware	156
8.3. Firmware y software	159
8.3.1. Reporte de mediciones y generación de datos	160

8.4. Experimentos sobre DUTs	162
8.4.1. Dosimetría	162
8.4.2. Dispositivos de 2-t	164
8.4.3. Dispositivos de 3-t	169
9. Caracterización del controlador	171
9.1. LabOSat como instrumento de banco	171
9.2. Caracterización en temperatura	179
9.3. Caracterización del módulo de dosimetría	187
9.4. Caracterización bajo haz de protones	190
9.5. Caracterización bajo haz de neutrones	194
9.6. Discusión	204
9.7. Especificaciones	209
10.ReRAM controladas por LabOSat en ambientes hostiles . .	211
10.1. Empaquetamiento de dispositivos	213
10.1.1. Crecimiento de <i>pads</i> para soldadura	213
10.1.2. Corte de oblea	214
10.1.3. Soldadura con alambre de Au	216
10.1.4. Protección mediante resina epoxi	222
10.2. Respuesta bajo haz de protones	227
10.3. Experimentos en LEO	234
10.3.1. Condiciones de operación	235
10.3.2. Dosimetría	236
10.3.3. Desempeño de dispositivos <i>cross-point</i>	242
10.4. Discusión	248
11.Conclusiones parciales	253

Conclusiones generales	255
Bibliografía	259
A. Comparación de tecnologías de memoria	273
B. Adhesión del film de TiO_2 sobre Au	275
C. Esquemático de LabOSat	277
D. Caracterización en temperatura de componentes COTS de LabOSat	295
E. Análisis y simulaciones del diseño de LabOSat	301
F. Simulaciones sobre flujos de partículas en LEO	311
G. Publicaciones	313

Capítulo 1

Introducción

El fenómeno de la conmutación de resistencia consiste en el cambio reversible de la resistencia eléctrica de un material frente a la aplicación de estímulos eléctricos. La reversibilidad del fenómeno se consigue aplicando los estímulos adecuados repetidamente controlando la resistencia entre dos o más estados. El fenómeno se manifiesta en una gran cantidad de materiales como óxidos, calcogenuros o materiales orgánicos. La estructura más sencilla en la que se observa este fenómeno es una tricapa con dos electrodos intercalados por el material que exhibe la conmutación. Así, en el caso de un óxido como el que estudiaremos en este trabajo de Tesis el dispositivo está formado por un apilamiento Metal-Óxido-Metal más conocido como MOM o MIM en un caso más general (*Metal-Insulator-Metal*). El cambio de resistencia eléctrica se puede producir en dicho material, en la juntura de la estructura o en ambos. La conmutación puede ser producida por un fuerte campo eléctrico o una corriente considerable. El cambio resulta no volátil y reversible por lo que puede ser utilizado como memoria, lo que da lugar a su nombre *memristor*. Estas dos características hacen que el fenómeno sea de interés para una gran cantidad de aplicaciones siendo la más popular la generación de un nuevo tipo de memorias: las llamadas ReRAM por *Resistive Switching Random Access Memory*. Entre otras se encuentran la aplicación en instrumentación aeroespacial por su resistencia a la radiación, y la simulación de la sinapsis neuronal en circuitos neuromórficos (Sección 2.2).

El primer trabajo publicado sobre memristores titulado “*Memristor-The Missing Circuit Element*” data de 1971 [1]. Allí Leon Chua sugiere, por argumentos de simetría de la expansión cuasi-estática de las ecuaciones de Maxwell, la existencia de un nuevo elemento fundamental en la electrónica. El cuarto elemento se sumaría a la resistencia, la inductancia y el capacitor. Para satisfacer la simetría Chua predijo que el memristor debe tener un comportamiento no lineal entre la corriente y la tensión, a saber: $V(t) = M(q(t))I(t)$ donde $M(q(t))$ es la resistencia eléctrica que depende de la carga que fluya por el nuevo elemento. Fue en el 2008, con un trabajo de HP Labs [2], que aparece la primera evidencia experimental que verifica la existencia de este tipo de elementos. En esta publicación los autores presentan resultados de gran importancia para explicar el comportamiento histerético de la curva corriente-tensión que introduce este fenómeno y que es observado en ciertos dispositivos de escala micro y nanométrica. La repercusión de este trabajo radica no sólo en el correlato experimental sino también en lo que sería el primer modelo matemático que describe fenomenológicamente la respuesta eléctrica de la conmutación. Estos dos trabajos fueron fundacionales para la temática. En la Figura 1.1 se puede ver el número de publicaciones para cada año desde 1971 hasta 2017 recogidos de la base de datos Scopus. El primer artículo que encontramos en la bibliografía cuando buscamos la palabra “Resistive Switching” entre el título, el resumen o las palabras claves data de 1975. Previamente, al buscar la palabra “memristor” encontramos algunos trabajos asociados al artículo de Chua del 1971. A partir de ese entonces, se encuentran esporádicamente publicaciones hasta el 2003 cuando el RS comienza a establecerse como área de investigación. No es hasta 2008, gracias al trabajo de Strukov, que el término memristor es relacionado con la conmutación de resistencia (barras rojas).

Cabe destacar, que el mismo Chua como co-autor de [3] declara que el fenómeno de variación de resistencia fue observado años antes de la publicación de las teorías de la resistencia y la inductancia, vulgarmente conocidas como ley de Ohm en 1827 [4] y ley de Faraday [5] en 1832. En ese trabajo Pedromakis *et al.* recopilan artículos anteriores a 1971 donde reportan curvas $I-V$ similares a la de los memristores pero en filamentos de tungsteno, lámparas de vapor de mercurio de alta presión, tubos de mercurio de baja

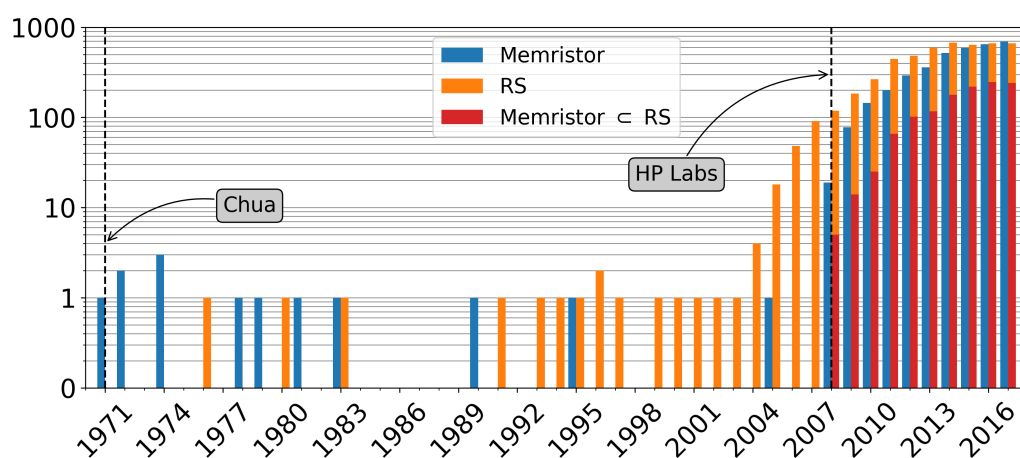


Figura 1.1: Publicaciones que incluyen la palabra “memristor” y “Resistive Switching” en función del tiempo para los años entre 1971 y 2017. Se discriminaron las publicaciones que se encuentran en el subconjunto que incluye la palabra “memristor” dentro de “Resistive Switching”. La flechas indican el año de publicación del artículo de Chua, 1971, y el año de publicación del artículo de Strukov de HP Labs, 2008. Fuente Scopus.

presión, tubos de descarga y tubos de sodio. Así, Pedromakis y colaboradores concluyen su artículo con una frase esencial, transitiva al rol de las ciencias en general, en su afán de comprender y modelar el universo:

“The memristor is not an invention. Rather it is a description of a basic phenomenon of nature that manifests itself in various dissipative devices, made from different materials, internal structures and architectures.”

Luego, varios años después de su descubrimiento, entender este fenómeno de la naturaleza continúa siendo un reto para la ciencia. Tal como enuncian Waser y colaboradores en un *review* del 2009 [6]:

“It should be noted, however, that despite the quite consistent pictures painted in this review many details and many variants are still completely unknown and our current pictures have more the character of working hypotheses instead of well funded physical models.”

Algunos años más tarde, en 2013, este reto no había perdido vigencia. J. J. Yang, investigador de gran impacto en el área de RS, menciona [7]:

“However, the underlying device mechanisms remain unclear, which is a significant barrier to their widespread application.”

Hoy por hoy, desde el punto de vista de la física, se comprende la fenomenología y se han desarrollado algunos modelos de la misma. Algunos sistemas sencillos han logrado ser descritos con una teoría consistente que describe satisfactoriamente los mecanismos de conmutación. No obstante, para la ingeniería, como menciona Yang, sigue siendo un desafío lograr la aplicación de las celdas de RS en dispositivos ReRAM. La investigación sobre los dispositivos ReRAM es altamente interdisciplinaria. Científicos de diferentes campos como la física, la ingeniería, la química y la ciencia de los materiales trabajan juntos para encontrar una memoria que tenga las cualidades necesarias y suficientes para conseguir un producto comercial. La búsqueda de los materiales adecuados para conseguir en un mismo dispositivo escalabilidad, retentividad, durabilidad, bajo consumo de potencia, bajos tiempos de programación y lectura se ve entorpecida por la gran variabilidad que presenta el desempeño de los dispositivos producidos por un mismo proceso de fabricación [8].

1.1. Motivación

La investigación sobre RS ha sido impulsada principalmente por la búsqueda de la memoria ideal. La industria de los semiconductores busca constantemente alta densidad, alta velocidad, baja potencia y bajo costo. Hoy en día, esos requisitos los cumple la memoria flash de compuerta flotante o *floating gate* en inglés. Su principio de funcionamiento se basa en almacenar carga en un óxido aislado con una capacidad de retención destacable. El uso masivo de las memorias flash se debe al bajo costo de producción y la gran capacidad de almacenamiento que ofrece. Sin embargo, a pesar de los esfuerzos invertidos en reducir su tamaño, aumentar la cantidad de ciclos de escritura y la velocidad de escritura/lectura, las memorias flash siguen teniendo sus limitaciones. Por otro lado, la tecnología CMOS también se enfrenta a desafíos similares siendo el más exigente la escalabilidad. En este contexto,

las memorias ReRAM emergen como una de las tantas tecnologías alternativas¹. A partir del conocimiento generado en los últimos años sobre el RS y su integración a la industria, las memorias ReRAM se han convertido en un candidato prometedor debido a la simple estructura, programación rápida, gran capacidad de densidad y fácil fabricación.

Por otro lado, el mecanismo de almacenamiento de las ReRAM descansa en la no-volatilidad del estado resistivo. Esta característica, hace que la tecnología sea más robusta frente a radiación ionizante. En contraste, las memorias flash cuya información es codificada en carga, resultan más sensibles en estos entornos y su interacción con las partículas ionizantes conduce a la pérdida parcial o total de la carga almacenada. Esta ventaja también promueve la investigación sobre RS para su aplicación en la industria aeroespacial. Por este motivo, en este trabajo de Tesis nos propusimos estudiar el fenómeno de RS en dispositivos basados en TiO_2 en entornos con radiación ionizante.

1.2. Organización de la Tesis

La Tesis comienza con una descripción física y eléctrica del fenómeno de conmutación de resistencia detallando los modos y mecanismos de conmutación en el Capítulo 2. Además, allí haremos hincapié en su implementación como dispositivos de memoria y otras aplicaciones. También repasaremos los mecanismos de conducción en estructuras MIM. Luego, en el Capítulo 3 describimos las técnicas de fabricación que utilizaremos para la construcción de los dispositivos estudiados en esta Tesis. En el Capítulo 4 detallamos las técnicas de caracterización estructural y eléctrica que usaremos a lo largo de este trabajo. Luego de la introducción y descripción de las técnicas, encontramos el trabajo de Tesis experimental llevado a cabo en los últimos cinco años. Podemos ordenar el trabajo en dos grandes partes. Por un lado, estu-

¹Como nota de color, hemos agregado en el Apéndice A una Tabla actualizada al 2015 que compara las memorias demostradas de RS con algunas tecnologías maduras y/o comerciales. Como fuente hemos utilizado datos de la ITRS (*International Technology Roadmap for Semiconductors*) y la información sobre ReRAM disponible en la recopilación del 2016 de Waser [9].

diamos la conmutación de resistencia en dispositivos basados en TiO_2 a nivel oblea en nuestros laboratorios. Por otro lado, caracterizamos los dispositivos en ambientes hostiles con un controlador dedicado diseñado específicamente para la caracterización de componentes electrónicos cual instrumento de laboratorio. De esta forma, la presente Tesis se encuentra dividida en dos partes.

La primera parte desarrolla la fabricación y caracterización de dispositivos de RS. En el Capítulo 5 analizamos el RS en muestras *cross-bar* de TiO_2 fabricadas en la sala limpia del Centro de Micro y Nanofabricación del Instituto Nacional de Tecnología Industrial (CMNB-INTI) en Buenos Aires. En el Capítulo 6 analizamos el RS de dispositivos de geometría individual fabricados en la sala limpia del Iberian Nanotechnology Lab (INL) en Braga, Portugal. Por último, en el Capítulo 7 encontramos las conclusiones parciales de la primer parte de este trabajo.

La segunda parte comienza con el Capítulo 8 donde explicamos el diseño y desarrollo del controlador LabOSat. En el siguiente Capítulo 9 describimos la caracterización del controlador. Los ensayos de caracterización fueron realizados en las facilidades del Centro de Electrónica e Informática del INTI, en el Reactor Argentino 6 (RA-6) del Centro Atómico Bariloche de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CAB-CNEA) y en el acelerador Tandem del Centro Atómico Constituyentes de la CNEA (CAC-CNEA). Luego, en el Capítulo 10, detallamos los experimentos en ambientes hostiles realizados sobre los dispositivos de RS fabricados en la primera parte. Allí, los dispositivos son caracterizados bajo diferentes entornos de radiación ionizante mientras son controlados por LabOSat. Estos ensayos fueron realizados en el acelerador Tandem del CAC-CNEA y a bordo de microsátélites de la empresa argentina Satellogic en órbitas de baja altitud. Finalmente, en el Capítulo 11 realizamos una reseña sobre las discusiones y conclusiones de la segunda parte.

Por último, finalizamos la Tesis con las conclusiones generales del trabajo.

Capítulo 2

Fundamentos

2.1. Conmutación de resistencia

El fenómeno de conmutación de resistencia se ha observado tanto en estructuras MIM verticales como horizontales (Figura 2.1a) donde dos electrodos metálicos, posiblemente diferentes, se encuentran separados por un material dieléctrico, generalmente un óxido, calcogenuro o un material orgánico. La conmutación se manifiesta al poder cambiar la resistencia de la celda entre al menos dos valores¹, los cuales suelen denominarse estado ON, debido a su baja resistencia o alta conducción de corriente, y estado OFF por su alta resistencia o pobre conducción. Usualmente antes de poder conmutar entre los dos valores de resistencia muchos materiales requieren un paso de “activación”. La celda se activa mediante un ciclo llamado electroformado que consiste en la aplicación de un estímulo de voltaje o corriente normalmente mayor a los estímulos de operación. Luego, la conmutación entre los dos estados se logra aplicando un voltaje o corriente. En la Figura 2.1b ilustramos dos de los principales formatos donde observamos RS. Las curvas corriente-tensión (I - V) nos permiten diferenciar entre un comportamiento unipolar (o no polar) y bipolar. La imagen, tomada del *review* de Sawa [12], enseña dos tipos de curvas I - V que encontramos en dispositivos de RS. Por un lado, te-

¹También se han creado estructuras multi-nivel [10, 11] con el objetivo de conseguir memorias que codifiquen la información en múltiples estados.

nemos dispositivos unipolares donde el mecanismo de conmutación se modela mediante filamentos que cortocircuitan la matriz del óxido. En el ejemplo, una celda de Pt/NiO/Pt transiciona de un estado baja resistencia (LRS por *Low Resistance State*) a uno de alta (HRS por *High Resistance State*) gracias a la circulación de una corriente elevada a baja tensión que produce la ruptura del filamento. Luego, para recuperar el estado HRS (OFF) debemos aplicar una tensión mayor para volver a formar el filamento. Como se muestra en la curva, la conmutación entre HRS y LRS se logra en los cuadrantes 1 o 3 pero dentro de un mismo cuadrante, es decir, con la misma polaridad podemos conmutar entre los dos estados (unipolar).

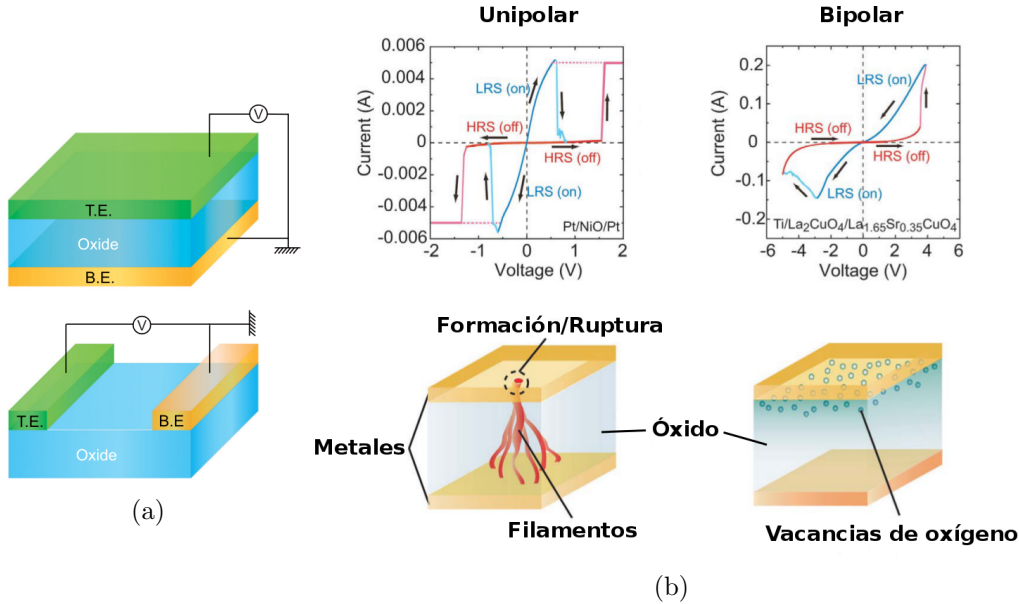


Figura 2.1: Conmutación de resistencia en estructuras MIM. Estructuras y tipos de conmutación. BE y TE hacen referencia al electrodo inferior y superior por sus siglas en inglés, *Bottom Electrode* y *Top Electrode*, respectivamente. Imágenes tomadas de (a) [13] y (b) [12].

Por otro lado, la conmutación bipolar muestra un cambio de resistencia que depende de la polaridad del estímulo aplicado. En el ejemplo, podemos apreciar una celda de Ti/La₂CuO₄/La_{1.65}Sr_{0.35}CuO₄ cuyo mecanismo microscópico ha sido modelado como el desplazamiento de vacancias de oxígeno desde el *bulk* del óxido hacia una interfaz. La tensión de LRS → HRS resulta negativa y la tensión de HRS → LRS es positiva, exhibiendo el carácter

bipolar.

En lo que sigue, diremos que el paso de HRS (OFF) a LRS (ON) es una transición de SET que ocurre a una tensión V_{SET} y la conmutación de LRS a HRS la denominaremos RESET y ocurre a V_{RESET} .

Los memristores pueden clasificarse por su mecanismo de conmutación microscópico en varias familias. Waser en un amplio *review* explica detalladamente los mecanismos redox que exhiben tanto sistemas unipolares como bipolares [6]. La Figura 2.2 muestra la clasificación presentada en el artículo. Entre todos los mecanismos propuestos, en esta Tesis nos enfocaremos en los mecanismos debidos al movimiento de vacancias de oxígeno (OV) por la aplicación de campos eléctricos (mecanismo de cambio de valencia) y haremos referencia también a aquellos originados por cambios de temperatura debido al efecto Joule (termoquímicos).

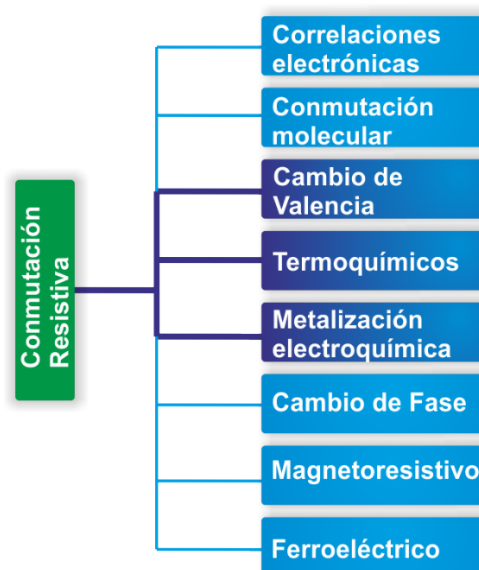


Figura 2.2: Clasificación de mecanismos de conmutación. Imagen tomada de [14] basada en la clasificación de mecanismos presentada en [6].

Los memristores fabricados y encapsulados en este trabajo forman parte de la línea de investigación del grupo de RS en óxidos. Nuestro sistema de estudio, TiO_2 , manifiesta el fenómeno de conmutación gracias a la presencia de defectos puntuales, precisamente OV, dentro del óxido. El mecanismo

que predomina en ellos es el de cambio de valencia por desplazamiento de vacancias o defectos. Controlando la densidad de vacancias en la interfaz del óxido con el electrodo metálico mediante un campo eléctrico modularíamos la resistencia de los dispositivos. En el artículo [15], Jeong y colaboradores, cubren con gran detalle las ecuaciones que describen el movimiento de las vacancias en TiO_2 . Los cambios en la conducción electrónica serán causados por las modificaciones en la barrera de potencial de las interfaces metal- TiO_2 . El movimiento de las vacancias desde el *bulk* hacia las interfaces (y viceversa) crea regiones o filamentos conductores cuyo rol se asocia al de un fusible. El estado ON corresponde al filamento conectando ambos electrodos, mientras que el estado OFF se relaciona con el apartamiento de las vacancias de la interfaz produciendo el corte del filamento. En la Sección 5.3 describiremos el mecanismo en detalle.

2.2. Tecnologías de memoria y sus aplicaciones

El fenómeno de RS tiene un amplio espectro de aplicaciones. Por un lado, debido a las prestaciones temporales, las bajas tensiones de operación, el bajo consumo y, lo más importante, la capacidad de reducción hacen que la aplicación predilecta sea su uso como memorias [9, 16]. En segundo lugar, nos encontramos con aplicaciones neuromórficas donde el RS juega el rol de la sinapsis entre neuronas permitiendo armar redes neuronales artificiales de estado sólido. Y, en tercer lugar, nos encontramos con las aplicaciones *Rad-Hard* donde la tolerancia a la radiación ionizante es lo que diferencia a los dispositivos de RS frente a las tecnologías CMOS actuales. Esta última aplicación surge naturalmente del principio en el cual descansa la conservación del estado de memorias del dispositivo: la resistencia. A diferencia de otras tecnologías maduras como las memorias flash o DRAM que almacenan la información mediante carga atrapada en los dieléctricos de sus arquitecturas (en el caso de las memorias flash mediante un *gate* flotante y en el caso de la DRAM mediante un capacitor), las memorias basadas en RS codifican un bit en la resistencia eléctrica del dispositivo. El efecto de este fenómeno es

una menor sensibilidad frente a radiación ionizante. Por este argumento, la tecnología ReRAM es atractiva para aplicaciones espaciales. Esta aplicación será tratada con mayor detalle en el Capítulo 10 donde repasaremos algunos trabajos de la bibliografía para mostrar el grado de tolerancia a radiación ya demostrado y ensayaremos los dispositivos fabricados en este trabajo en entornos con radiación ionizante.

Resistive Switching RAM (ReRAM)

Los dispositivos ReRAM están basados en el fenómeno que estudiamos en este trabajo: la conmutación de resistencia. Utilizan los estados de alta y baja resistencia para codificar un bit, 1 y 0. La arquitectura para la aplicación de las celdas puede ser de dos tipos: activa o pasiva. La arquitectura activa se compone del elemento de memoria (multicapa de RS) y el elemento de selección que permite direccionar o aislar al memristor (bit), tal como puede verse en la Figura 2.3a. En esta arquitectura el selector puede ser un diodo o un transistor. Por otro lado, en la arquitectura pasiva se prescinde del selector y se ajustan las tensiones de la BL (*Bit Line*) y la WL (*Word Line*) para que la selección de la celda sea unívoca y no se produzca la programación o interferencia de celdas vecinas (*cross-talk*) no seleccionadas (Figura 2.3b).

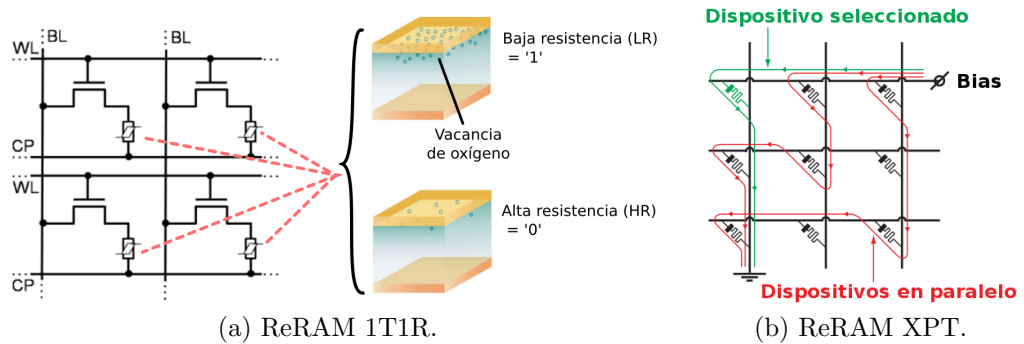


Figura 2.3: Esquemas de diferentes tecnologías de memoria. BL: línea del bit. WL: línea de un conjunto de bits. CP: línea común o tierra (*Common Plane*).

Estas dos arquitecturas se suelen conocer como 1T1R o 1D1R y XPT o *selectorless*. La primera arquitectura se utiliza en la mayoría de las tecnologías actuales. En particular, imita a la arquitectura con que se originan las

memorias DRAM, 1T1C. Respecto de las desventajas podemos mencionar la limitación en densidad que presenta la arquitectura activa. Hoy en día, Tsai *et al.* han demostrado reducir el área del memristor a <5 nm de lado [17]. Es decir, el área de la unidad de memoria 1T1R depende exclusivamente del área del transistor por lo que termina siendo prohibitivamente pequeña. En contraposición, la arquitectura pasiva admite alta densidad pero aún presenta desafíos para escalar a gran cantidad de bits debido las resistencias parásitas que agregan las líneas BL y WL que obligan aplicar mayores tensiones para leer o escribir los estados de las celdas haciendo que aparezcan dispositivos en paralelo no deseados [18].

Las ReRAM se encuentran en etapa de desarrollo siendo liderado el campo de la investigación por HP Labs, IMEC e Intel. Al mismo tiempo, gran parte de la industria y los grupos de investigación aplicados con acceso a las líneas de producción de *foundries* están enfocando sus esfuerzos en la integración de ReRAM en el BEOL² de los IC debido a la incompatibilidad que presentan algunos materiales de las celdas de memoria con las líneas de producción CMOS de las *foundries* [19, 20]. También resaltamos la presencia en el mercado de algunos microcontroladores de Panasonic desde el 2014 como el MN101L de 8-bit que poseen 64 kB de ReRAM de TaO_x embebidas como parte de su memoria de programación o almacenamiento [21, 22, 23].

Aplicaciones neuromórficas

Otra de las aplicaciones destacadas del RS es el uso de dispositivos en redes neuronales artificiales. La implementación de dispositivos en estas redes se esquematiza en la Figura 2.4. El uso está motivado por la capacidad de emular la plasticidad neuronal [24], es decir, la capacidad de cambiar la resistencia de la conexión entre dos neuronas. La sinapsis (conexión) está determinada por la resistencia remanente del dispositivo y permite inhibir o estimular el peso de una neurona sobre otra. Así, una neurona, implementada mediante un circuito CMOS complejo, recibe un estímulo atenuado o

²BEOL o *Back End Of Line* es la segunda parte de la línea de fabricación de los IC donde los dispositivos individuales como transistores, capacitores, resistencias, etc. se interconectan con líneas de metal en las diferentes capas de metalización en la oblea.

amplificado proveniente de neurona la anterior. Según la función de transferencia configurada en la neurona tendremos una nueva señal para alimentar a la siguiente capa de neuronas. Alterando los pesos sinápticos mediante el entrenamiento supervisado, las redes neuronales artificiales son utilizadas para clasificación y reconocimiento de patrones. La utilización de dispositivos de dióxido de titanio en una red neuronal tipo perceptrón ha sido demostrada por Alibart en [25]. Allí, 9 memristores forman una matriz de 3×3 *pixels* que mediante el entrenamiento de los dispositivos (modulación del peso sináptico, i.e. su resistencia remanente) logran confeccionar una red neuronal para clasificación de patrones de letras como X y T.

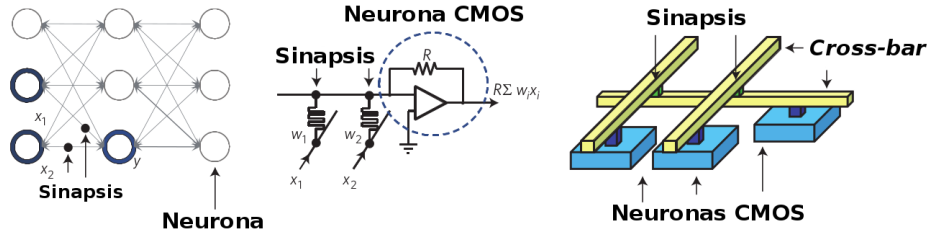


Figura 2.4: Implementación de dispositivos memristivos en circuitos neuromórficos. Imagen adaptada de [7].

2.3. Mecanismos de conducción en estructuras MIM

Los mecanismos de conducción de películas dieléctricas son cruciales para las aplicaciones exitosas de materiales dieléctricos. Los mecanismos se clasifican en dos grandes categorías: mecanismos de interfaz y mecanismos de volumen (*bulk*). La primera categoría depende de las propiedades eléctricas en la interfaz electrodo-aislante. A partir del estudio de la conducción de este mecanismo, es posible extraer propiedades físicas como la altura de la barrera que se forma en la juntura electrodo-aislante y la masa efectiva de los portadores de carga en la película dieléctrica. La segunda categoría, relaciona las propiedades eléctricas del aislante con el mecanismo de conducción sin percatarse de lo que sucede en la interfaz. De acuerdo con los análisis de mecanis-

Tabla 2.1: Mecanismos de conducción en estructuras MIM. h es la constante de Plank, q la carga de los portadores, m_T^* la masa efectiva de los portadores en *tunneling*, A^{**} es la constante de Richardson, ε_0 la permitividad del vacío, ε_r la permitividad del dieléctrico, k_B es la constante de Boltzmann, ϕ_B la altura de la barrera, ϕ_T la altura de las trampas, μ la movilidad de los portadores, N_C la densidad de estados en la banda de conducción del dieléctrico, n la densidad de portadores en la banda de conducción, $E_{C,F}$ la energía de la banda de conducción y el nivel de Fermi, d el espesor del dieléctrico y θ es una función que depende de la temperatura, las concentraciones de las trampas y los portadores de carga [26]. ($\div$): mecanismo de interfaz. (■): mecanismo de volumen.

Mecanismo	Expresión
F-N ($\div$)	$J = \frac{q^3 \mathbf{E}^2}{8\pi h q \phi_B} \exp \left[\frac{-8\pi(\sqrt{2qm_T^*} \phi_B^{3/2})}{3h\mathbf{E}} \right]$
Sch ($\div$)	$J = A^{**} T^2 \exp \left[\frac{-q(\phi_B - \sqrt{q\mathbf{E}/4\pi\varepsilon_r\varepsilon_0})}{k_B T} \right]$
P-F (■)	$J = q\mu N_C \exp \left[\frac{-q(\phi_T - \sqrt{q\mathbf{E}/\pi\varepsilon})}{k_B T} \right]$
Óhmico (■)	$J = \sigma \mathbf{E} = nq\mu \mathbf{E} = q\mu \mathbf{E} N_C \exp \left[\frac{-(E_C - E_F)}{k_B T} \right]$
SCLC (■)	$J_{\text{ohm}} = qn\mu \frac{V}{d}, \quad J_{\text{TFL}} = \frac{9}{8}\theta\mu\varepsilon \frac{V^2}{d^3}, \quad J_{\text{Child}} = \frac{9}{8}\mu\varepsilon \frac{V^2}{d^3}$

mos de conducción de volumen, se pueden obtener varios parámetros físicos importantes de la película dieléctrica, incluyendo el nivel de trampas, la distancia entre trampas, la densidad de trampas, la movilidad de los portadores, el tiempo de relajación del dieléctrico y la densidad de estados en la banda de conducción [26]. En la Tabla 2.1 condensamos los mecanismos más importantes que están presentes en estructuras MIM [27]. Allí podemos encontrar las expresiones de la densidad de corriente J en función de la temperatura T y el campo eléctrico $\mathbf{E}$ (o el potencial V) para *tunneling* Fowler-Nordheim (F-N), emisión termoiónica Schottky (Sch), conducción limitada por carga espacial (SCLC por *Space-Charge Limited-Current*) en sus tres regímenes [26], el conocido mecanismo óhmico y emisión Poole-Frenkel (P-F). Algunas de ellas serán discutidas en este trabajo de Tesis.

2.4. Efectos inducidos por radiación en estructuras MIM

El daño inducido por radiación en dispositivos MIM así como también en dispositivos semiconductores (transistores y circuitos integrados) es un tema de estudio vigente por el gran interés en aplicaciones espaciales, nucleares, detección de partículas en física experimental, diagnósticos por imágenes y tratamientos médicos, entre otros. La mayoría de los contenidos que repasaremos a continuación puede consultarse en la amplia bibliografía que existe sobre el tema. A continuación daremos una breve introducción a las definiciones, efectos y mecanismos básicos de interacción entre la radiación y la materia. Luego, describiremos los efectos de estas interacciones en ambientes ionizantes. Para profundizar los contenidos de esta introducción podemos referirnos a la bibliografía [28, 29, 30, 31].

Para comenzar, dividiremos en tres categorías las interacción de la radiación con la materia. A saber, interacción con radiación electromagnética, interacción con partículas cargadas e interacción con neutrones.

Interacción con radiación electromagnética

Los principales mecanismos de interacción entre fotones y materia son la absorción fotoeléctrica, dispersión de Compton y la producción de pares e^-e^+ . Estos tres mecanismos suceden para un amplio rango de energías abarcando desde algunos eV hasta MeV. No obstante, para que los fotones induzcan daño por radiación debemos considerar recién energías similares a los rayos X y rayos gamma, i.e. comenzando desde algunos keV³. Al atravesar la materia, estos fotones transfieren la totalidad o parte de su energía al medio a través de los mecanismos mencionados. La transferencia se realiza precisamente a los electrones de los átomos del material, ya sean de capas internas o externas. Luego de cada interacción, los electrones adquieren energías similares a electrones rápidos por lo que también pueden ionizar la materia

³Vale notar el caso de los materiales poliméricos cuya degradación ocurre en la región ultravioleta del espectro electromagnético i.e. ~ 4 eV.

mediante los mecanismos que describiremos de partículas cargadas. De esta forma, la radiación electromagnética es capaz de inducir un daño indirecto en la materia mediante estos electrones excitados, denominados electrones secundarios.

En la Figura 2.5 presentamos el rango de energía donde cada uno de los tres mecanismos predomina. La absorción fotoeléctrica predomina a bajas energías (rayos X o rayos gamma de baja energía) mientras que el efecto Compton domina a energías más elevadas, típicas a las que encontramos en los decaimientos de los radioisótopos. La producción de pares es energéticamente factible a partir de 1.02 MeV (dos veces la energía de la masa en reposo del electrón). En términos prácticos, solo luego de varios MeV podemos considerar como predominante la producción de pares. La interacción con la materia de estos fotones gamma sucede cerca del potencial coulombiano del núcleo. En este mecanismo, el fotón desaparece para producir un electrón y un positrón cuya energía cinética está determinada por el exceso de energía de 1.02 MeV.

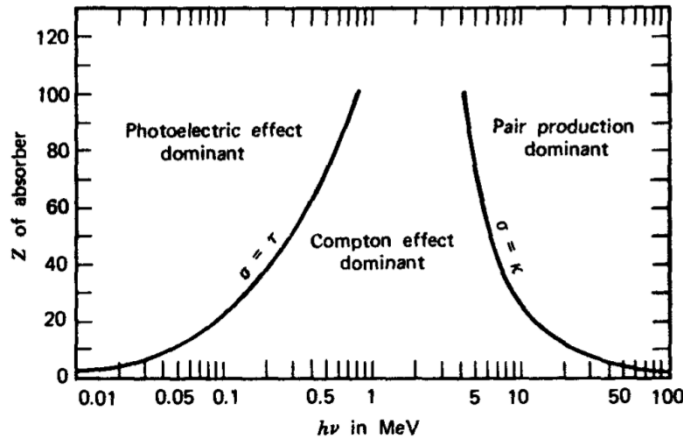


Figura 2.5: Rangos de energía de mecanismos de interacción materia-gamma. Mecanismo predominante en función de la energía del rayo gamma y el número atómico del material. Imagen tomada de [28].

Interacción con partículas cargadas

En el caso de partículas cargadas como protones (p), alfa (α) o electrones, existen varios mecanismos por los cuales pierden energía al atravesar un material. Principalmente son interacciones con la nube electrónica de los átomos que conllevan la excitación o ionización de los electrones, interacciones del tipo *bremsstrahlung* con los campos eléctricos de los núcleos o nubes electrónicas de los átomos, y por último, interacciones elásticas coulombianas con el núcleo atómico (dispersión de Rutherford). Estas interacciones hacen que las partículas se frenen gradualmente a medida que penetran el material. En algunos casos, en el último tramo del recorrido, cuando la energía es del orden de los 100 keV, las partículas cargadas pueden recoger un electrón y llegar al reposo dentro del material (en el caso de un p en Al por ejemplo [28]).

La pérdida de energía puede cuantificarse a través del poder de frenado (*stopping power*) también conocido como pérdida de energía específica (*specific energy loss*) de la partícula en el material. Contando las interacciones mencionadas previamente, el *stopping power* S pueda escribirse como:

$$S = -\frac{dE}{dx} = - \left[\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{elec}} + \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{rad}} + \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{nuc}} \right] \quad (2.1)$$

Para energías altas, mayores a 0.5 MeV para p y 2 MeV para α , el *stopping power* puede expresarse mediante la fórmula de Bethe [32, 33]. La fórmula indica que existe una relación inversamente proporcional entre el *stopping power* y la energía $S \propto 1/E$. Esto se explica fácilmente al imaginar a la partícula cargada atravesar el material con baja velocidad. El tiempo que pasa la partícula cargada en torno a los electrones del material es mayor cuando su energía cinética es baja. Así, el cambio en el impulso del electrón de la nube electrónica del átomo del material y, por ende, la transferencia de energía es mayor. El caso contrario ocurre cuando su velocidad es alta. En la Figura 2.6 mostramos dos ejemplos del poder de frenado en materiales de nuestro interés. Por una lado, mostramos una simulación realizada con los códigos ESTAR, PSTAR y ASTAR [34] desarrollados por el Instituto Nacio-

nal de Estándares y Tecnología estadounidense (NIST). Con ellos calculamos el *stopping power* de electrones, protones y partículas alfa en aluminio. Por otro lado, mostramos los resultados obtenidos por Paillet *et al.* sobre protones y electrones en SiO₂ [35]. En ambos gráficos podemos ver cómo a medida que incrementamos la energía el poder de frenado disminuye para partículas pesadas como protones y alfa. Esto tiene importantes consecuencias en aplicaciones espaciales donde el espectro energético de estas partículas, precisamente protones, no es despreciable para energías altas. El bajo poder de frenado a altas energías presenta un desafío a la hora de seleccionar el blindaje para misiones espaciales.

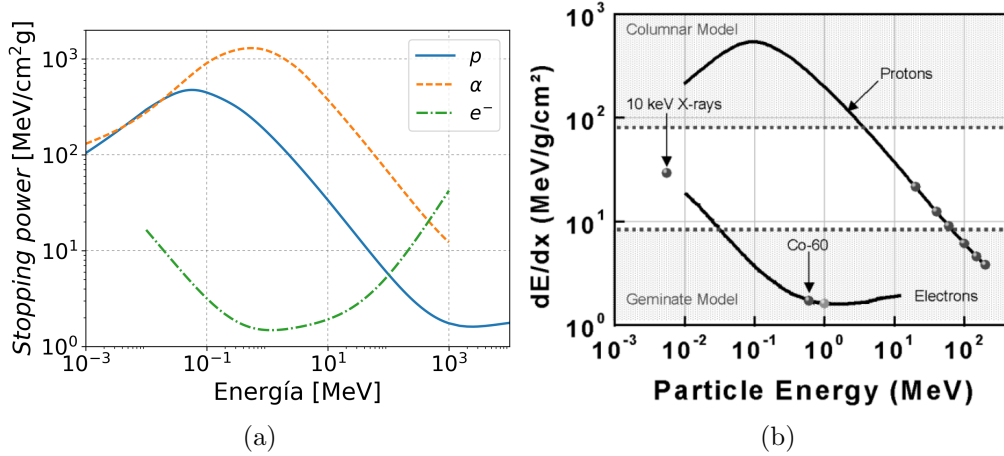


Figura 2.6: (a) *Stopping power* para electrones, protones y alfa en aluminio en función de la energía. Simulaciones realizadas con ESTAR, PSTAR Y ASTAR del NIST. (b) *Stopping power* de SiO₂. Se marcan los puntos de los electrones generados por rayos X y fotones γ de Co-60. Imagen tomada de [35].

Para partículas cargadas pesadas de alta energía, el término que contribuye mayormente al *stopping power* total es el electrónico. La interacción coulombiana entre su carga positiva y la carga negativa de los electrones que orbitan a los átomos es la que predomina por sobre las otras. Para el caso de electrones, además de las colisiones electrónicas también predominan las radiativas. Cabe destacar que la magnitud *stopping power* está fuertemente relacionada con la transferencia de energía lineal o LET (*Lineal Energy Transfer*). La diferencia entre ambas magnitudes, LET y *S*, radica en el

término radiativo. Por ejemplo, los fotones generados por *bremstrahlung* pueden excitar electrones ubicados fuera del camino de la partícula cargada mediante las interacciones fotón-materia o inclusive producir nuevos pares e^-e^+ si la energía es suficiente. La transferencia de energía lineal sólo tiene en cuenta las interacciones locales, es decir, ignora la energía depositada por partículas secundarias mientras que el *stopping power* considera todas las contribuciones [28, 29]. Algunos autores, utilizan el LET incluyendo estas interacciones pero restringiendo la energía de las partículas secundarias generadas (LET restringido).

Continuando con las definiciones, si tenemos un flujo de partículas φ (partículas por unidad de área por unidad de tiempo) podemos calcular la fluencia Φ a partir de la integral en un intervalo de tiempo. Luego, a partir de la fluencia Φ podemos calcular la dosis absorbida por el material empleando el *stopping power* de la partícula en el material:

$$dD_E = \Phi_E \frac{S}{\rho} dE \quad (2.2)$$

donde ρ es la densidad del medio. En caso de tener información sobre la distribución de fluencias:

$$D = \int_{E_0}^{E_f} \Phi(E) \frac{S}{\rho} dE \quad (2.3)$$

Interacción con neutrones

Al igual que los fotones gamma, los neutrones no poseen carga y por eso el mecanismo de interacción con la materia no es vía la fuerza de Coulomb. Cuando los neutrones interactúan lo hacen con el núcleo de los átomos a través de dos mecanismos posibles: pueden ser absorbidos transformando su energía en nuevas formas de radiación o siendo dispersados elástica o inelásticamente. A diferencia de los gamma, la radiación secundaria de las interacciones de absorción puede ser una partícula cargada pesada.

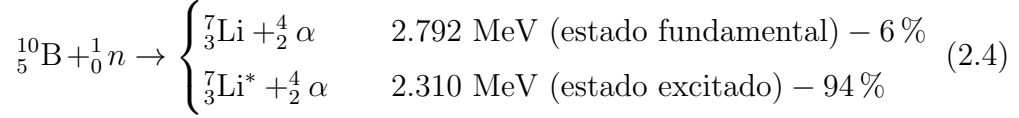
Una vez más, la energía de la partícula incidente determina la probabilidad del mecanismo de interacción. Dividiremos a los neutrones en tres

rangos de energía. Los neutrones térmicos que abarcan el rango de 0 - 0.5 eV, neutrones epitérmicos de 0.5 eV - 10 keV y neutrones rápidos >10 keV. Los neutrones térmicos experimentan principalmente reacciones nucleares de absorción y de dispersión elástica. El rango de energía es tan bajo que el mecanismo de dispersión elástica deposita cantidades de energía pequeñas en la materia. Por otro lado, la absorción de neutrones térmicos suele conducir a la activación del material, a la emisión de partículas cargadas o la fisión. La activación por absorción de neutrones transforma al material en un objeto radioactivo y se espera que los átomos excitados del material decaigan por algún mecanismo radiativo como rayos beta (β^+ o β^-) o gamma. El tiempo que el material permanece activado está caracterizado por la vida media ($t_{1/2}$) del núcleo que determina el tiempo que tarda la actividad radioactiva en caer a la mitad de su valor inicial.

Como las secciones eficaces de captura (absorción) disminuyen rápidamente al aumentar la energía (proporcional a $1/v$ con v la velocidad del neutrón), los neutrones epitérmicos y rápidos interactúan prácticamente a través de dispersión. La radiación secundaria generada en estas condiciones son núcleos de retroceso, es decir, núcleos del material desplazados de su sitio original. A medida que el neutrón epitérmico o rápido atraviesa el material irá depositando energía sobre diferentes núcleos. Este proceso recibe el nombre de termalización o moderación de neutrones. Si las energías de los neutrones rápidos son muy elevadas, el mecanismo de dispersión es inelástico y los núcleos del material no solo serán desplazados sino también excitados. Luego, la rápida desexcitación de estos producirá rayos gamma.

Debido a que los neutrones interactúan sin ionizar en forma directa a la materia, los detectores de neutrones hacen uso de la radiación secundaria para detectarlos. Por ejemplo, tal es el caso de las hojuelas de activación que miden la actividad radioactiva para establecer el flujo neutrónico recibido o los detectores proporcionales de ^3He gaseoso. También destacamos el caso de sensores de imagen CMOS desarrollados por el grupo de Bajas Temperaturas del CAB-CNEA [36] que mediante una capa de boro aprovechan la reacción $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ para detectar neutrones térmicos. La reacción se conoce como

captura neutrónica de boro⁴:



La sección eficaz de esta reacción de absorción con neutrones térmicos de 25 meV es 3840 barn por núcleo de ${}^{10}\text{B}$ (1 barn = 10^{-28} m^2) y la abundancia isotópica del ${}^{10}\text{B}$ es 19.9 % [37].

2.4.1. Dispositivos de estado sólido en ambientes hostiles

Las partículas en estos ambientes pueden causar daño permanente y efectos transitorios en dispositivos electrónicos. En la mayoría de los casos, el daño producido en el dispositivo es causado por el efecto conjunto de un gran número de partículas individuales que atraviesan la estructura del dispositivo. Sin embargo, los efectos de la interacción de una sola partícula también pueden ser importantes, particularmente para partículas como rayos cósmicos de alta energía. Necesitamos distinguir cuidadosamente entre ambientes con una variedad de partículas ionizantes (el espacio) y ambientes con un flujo de partículas puro, es decir, de una especie. Los efectos de estos dos entornos sobre los dispositivos de RS se analizarán en Capítulos posteriores. Por un lado en ambientes de radiación pura, es decir, bajo un haz de protones y en órbitas de baja altitud con una gran variedad de radiación (Capítulo 10).

Haciendo referencia al primer tipo de ambiente hostiles, podemos considerar dos categorías de misiones espaciales. La primer categoría son las misiones en órbitas terrestres que son fuertemente afectadas por la radiación atrapada en los cinturones de radiación de la Tierra⁵, así como también rayos

⁴El núcleo excitado de litio decae al estado fundamental emitiendo un rayo gamma de 480 keV al cabo de $\sim 0.1 \text{ ps}$.

⁵Los cinturones de radiación, más conocidos como cinturones de radiación de Van Allen, se encuentran en la región interna de la magnetosfera. Esta última se extiende desde los 500 km hasta 10 veces el radio de la Tierra aproximadamente [38].

cósmicos galácticos (GCR) y las erupciones solares (*solar flares*). La segunda categoría incluye a las misiones interplanetarias o al espacio profundo donde no hay partículas atrapadas y la única preocupación es la radiación de los rayos cósmicos galácticos y las erupciones solares. En este trabajo de Tesis, nos enfocaremos en la primer categoría, particularmente en órbitas de baja altitud llamadas LEO por *Low Earth Orbit*.

En la Tabla 2.2 presentamos las partículas existentes en el espacio que producen daño sobre los dispositivos electrónicos. La información condensa el rango energético que encontraremos en el espacio y la fuente de dichas partículas.

Tabla 2.2: Partículas que inducen daño por radiación en el espacio y sus rangos de energía. Algunos GCR poseen energías mayores. Tabla tomada de [31].

Partícula	Energía [MeV]	Fuente
p	0.1 - 500	cinturones de radiación y erupciones solares
e^-	hasta 7	cinturones de radiación
GCR	hasta 20000	fuera del sistema solar
n	0.001 - 1000	terrestres a partir de la interacción de GCR con la atmósfera terrestre
α	hasta 9	decaimientos radiactivos de los materiales de los propios dispositivos

Los protones y electrones están presentes en grandes cantidades en los cinturones de radiación de la Tierra y también existe una gran contribución de protones por las erupciones solares⁶. Estos electrones y protones, como hemos visto, pueden ionizar y excitar los átomos al atravesar un material. Este mecanismo no es otra cosa que la generación de pares electrón-hueco (EHP) y es la principal pérdida de energía de estas partículas en el espacio. Al colocar un dispositivo en este entorno, el efecto integrado de muchas interacciones de este tipo producirá (en promedio) una cantidad de daño uniforme⁷. La acu-

⁶Los satélites en órbitas con inclinación $<30^\circ$ respecto del plano ecuatorial son menos perjudicados por estos últimos.

⁷El flujo de protones y electrones en LEO es omnidireccional.

mulación del daño se basa en la dinámica de los EHP en estructuras MOS. Oldham en [30] repasa detalladamente los procesos de ionización en estructuras MOS. Resumidamente, la mayor contribución al daño está dada por los huecos generados que se alojan en las trampas del óxido de *gate* al tiempo que nuevas trampas se van generando en la interfaz óxido-semiconductor. Así, los electrones y los huecos generados en cada interacción irán contribuyendo gradualmente a poblar las trampas⁸ y, por ende, irán dañando a largo plazo los dispositivos semiconductores. Esta carga acumulada sobre los dispositivos se traduce en la modificación de sus características eléctricas, particularmente, en el corrimiento de la tensión umbral en el caso de los transistores MOS⁹. Debido a que este efecto es de largo plazo se lo conoce como daño acumulado por radiación y se cuantifica mediante la dosis total ionizante (TID).

En contraste, existen otros efectos transitorios, localizados temporal y espacialmente dentro del dispositivo, y que son producidos por partículas individuales. Estos efectos forman parte de una gran familia denominada SEE por *Single Event Effects*. Los eventos de esta familia incluyen una gran variedad de efectos como *Latch-up*, *bit-flips*, ruptura dieléctrica del *gate*, etc. que dejaremos de lado en esta introducción ya que no profundizaremos sobre ellos en esta Tesis.

En LEO, la mayor parte de la dosis acumulada de neutrones se debe a neutrones secundarios producidos por otras interacciones nucleares entre partículas cargadas, principalmente protones y rayos cósmicos galácticos, y la masa del satélite o la nave espacial. Una fracción más pequeña proviene del albedo de neutrones de la atmósfera de la Tierra. La combinación de estas dos fuentes da como resultado un espectro de energía de neutrones complejo y muy variable que depende de la inclinación orbital, de la altitud, el ciclo solar y el blindaje. Según Benton y colaboradores [39], la contribución de neutrones a la dosis total varía de 5.7 a 18.4 % siendo los neutrones de mayor energía los que producen daño (de 1 MeV a 5 GeV). Respecto de neutrones

⁸Los electrones no pueblan las trampas sino que luego de su generación son barridos por el *gate* en los primeros picosegundos si que aún no fueron recombinados con otros huecos [30].

⁹Debido a que la carga atrapada en las trampas del óxido es positiva, el corrimiento de la tensión umbral es hacia tensiones negativas, es decir, siempre la tensión umbral disminuye, $V_{th}(\text{rad}) < V_{th}(\text{no rad})$.

térmicos, el aporte a la dosis total es insignificante.

En el Capítulo 10 utilizaremos una herramienta de simulación desarrollada por la Agencia Espacial Europea (ESA) para simular los flujos de partículas y TID que producen sobre dispositivos que ensayaremos en LEO. En el Apéndice F realizamos algunos comentarios sobre los modelos utilizados.

Por último, queremos agregar que el entorno espacial de LEO no sólo se compone de radiación ionizante sino que también encontramos radiación UV y oxígeno atómico que pueden dañar considerablemente los polímeros de los encapsulados de los circuitos integrados (IC) u otros materiales poliméricos que se utilizan para conformar los satélites [40]. Además, los niveles de vacío son del orden de 10^{-9} - 10^{-11} Torr o, dentro del satélite, 10^{-6} - 10^{-7} Torr típicamente. En resumen, todas estas condiciones hacen de las órbitas de baja latitud un ambiente hostil donde operar dispositivos electrónicos presenta un gran desafío.

Capítulo 3

Técnicas de fabricación

En este Capítulo describiremos las técnicas de fabricación utilizadas para fabricar las muestras que estudiaremos en los laboratorios y en LEO. En la industria de los ICs y en laboratorios de I+D, existe una gran variedad de métodos que permiten controlar los materiales con un grado de precisión sorprendente. En la Referencia [41] podremos encontrar una reseña completa de todas las técnicas. Aquí solo describiremos algunas de ellas.

Haciendo un breve repaso, podemos describir a las técnicas de ataque de superficie como las herramientas para atacar sustratos o películas depositadas. Las técnicas de litografía nos brindan las herramientas necesarias para transferir patrones y dar forma a la muestra. Las técnicas de crecimiento de películas delgadas permiten depositar materiales sobre sustratos u otros materiales mediante diferentes métodos. Las técnicas de empaquetamiento son las que permiten acercar los dispositivos micro y nanofabricados al usuario mediante encapsulados milimétricos y conexiones eléctricas micrométricas.

A lo largo de este trabajo de Tesis, utilizaremos el término *lift-off* para hacer referencia al conjunto de técnicas que nos permitan definir una geometría para la estructura, depositar un material y remover el excedente. Es decir, en ese orden, una litografía, el crecimiento de la película y la remoción de la resina y el material que se encuentra sobre ella.

Las técnicas que forman parte de los procesos de fabricación de esta Tesis suelen enmarcarse en lo que se conoce como fabricación *top-down*. Este

término es empleado para referirse a técnicas químicas como ataque húmedo así como también a técnicas físicas como *sputtering*, CVD, PLD, etc. La fabricación *top-down* es sustractiva: se parte de sustratos donde se depositan capas delgadas de materiales a partir de las cuales se construye la estructura del dispositivo por medio de técnicas de litografía. En contraposición, las técnicas de fabricación *bottom-up* se basan en el ensamblado de átomos o moléculas precursoras sobre un sustrato de tal manera que la fabricación es aditiva.

La micro y nanofabricación de dispositivos, ya sea a escala industrial o I+D, se desarrolla en un entorno controlado conocido como sala limpia. Allí, mediante una arquitectura particular (filtros de alta eficiencia, trampas de partículas, sistemas antivibración, silenciadores, etc.) y protocolos de introducción, generación y eliminación de contaminantes y residuos se controla la cantidad de partículas y microbios dentro de la sala. Además, en determinadas zonas de la sala limpia se controla la humedad, la temperatura, la presión y la iluminación. El uso de vestimenta especial que reduzca la generación¹ e introducción de partículas y proteja al usuario es obligatorio. Las salas limpias se clasifican según la cantidad de partículas por unidad de volumen. Una misma sala limpia posee recintos de diferentes clases. Por ejemplo, en este trabajo, los crecimientos de películas delgadas se realizaron en zonas de clase 10000 (equivalente a clase ISO 7) y los procesos de litografía en zonas de 1000 y 100 (clases ISO 6 y 5, respectivamente). Estos números corresponden a la cantidad de partículas máxima con un diámetro de $0.5\ \mu\text{m}$ o más por pie cúbico. Las normas también indican la cantidad máxima de partículas de otros diámetros.

3.1. Técnicas de litografía

Las técnicas de litografía son el pilar de la micro y nanofabricación. La idea es colocar una película sensible a radiación electromagnética (típicamente fotones UV) o a partículas cargadas (típicamente electrones) de tal forma

¹Los seres humanos, aún con la vestimenta adecuada de sala limpia, pueden generar hasta 10^6 partículas por minuto caminando dentro de la sala.

que sea posible remover las zonas irradiadas dejando la zonas no irradiadas para proteger la muestra durante el crecimiento de películas o de ataques. En la Figura 3.1 se ejemplifica el uso de la litografía como herramienta para transferir un patrón a un film de óxido de silicio. En este caso particular, el óxido ya se encuentra depositado o crecido sobre la muestra y mediante un ataque químico o físico removemos la región desprotegida.

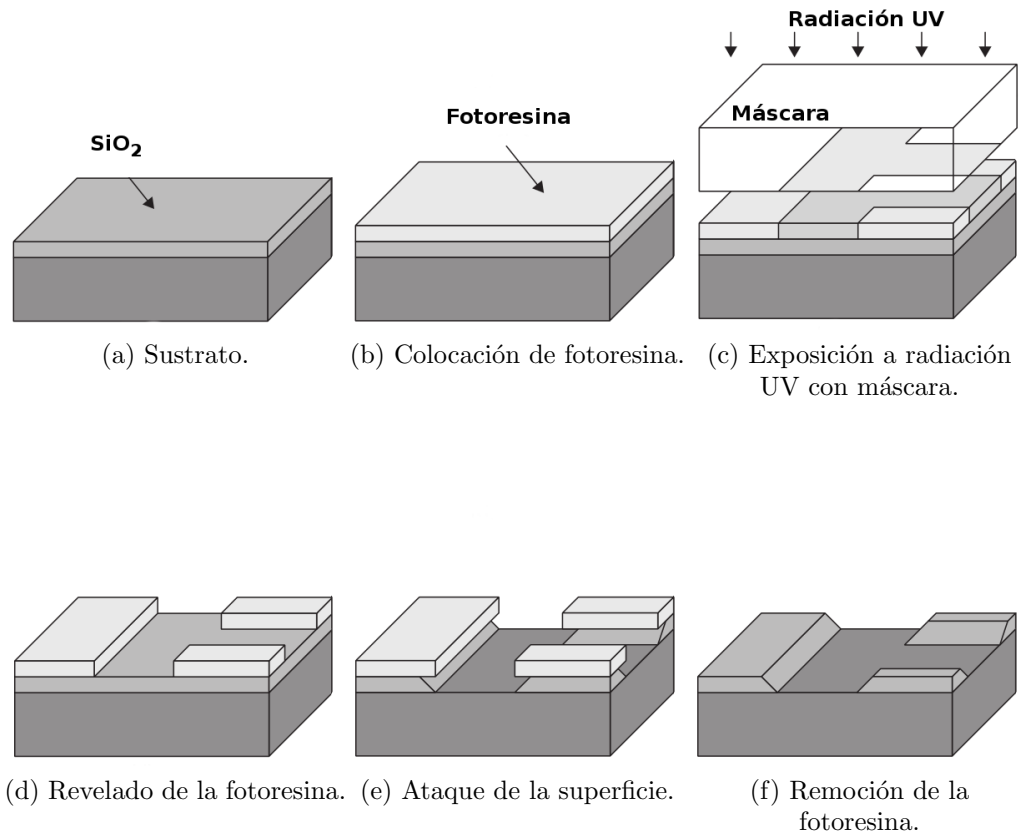


Figura 3.1: Proceso de litografía y ataque para definición de una estructura de óxido. Imagen adaptada de [41].

Cualquier procedimiento de litografía comienza con la limpieza del sustrato. El objetivo de la limpieza es obtener una buena adhesión y evitar la presencia de partículas y contaminantes en las interfaces. Típicamente para remover residuos de fotoresina de una litografía anterior se realiza la siguiente secuencia: baño de acetona, baño en alcohol isopropílico (IPA), lavado con agua desionizada ($\text{H}_2\text{O-DI}$) y un cocido a $120\text{ }^\circ\text{C}$ por 10 min. Entre cada

baño se seca la muestra con un flujo de nitrógeno gaseoso de alta pureza. Este procedimiento es necesario y suficiente para remover residuos orgánicos, remover el excedente de acetona contaminado y evaporar las moléculas de agua adsorbidas en la superficie de la muestra. Limpiezas más profundas empleando ataques húmedos como SC1, SC2 o soluciones más agresivas pueden ser útiles para remover metales, óxidos o contaminantes más pesados (Sección 3.3.1).

Otro procedimiento importante que forma parte de la preparación del sustrato es la colocación de un promotor de adhesión para la fotoresina. El promotor es hexametildisilazano $((\text{H}_3\text{C})_3\text{-Si-NH-Si-(CH}_3)_3)$ más comúnmente conocido como HMDS. Se aplica en forma de vapor en un horno con atmósfera de N_2 donde el sustrato es calentado entre 75 y 120 °C. El objetivo es prevenir la readsorción de agua en la superficie formando enlaces entre los oxígenos que suelen encontrarse en la muestra y los átomos de silicio del HMDS. De esta manera, la muestra permanece hidrofóbica por períodos prolongados, protegida frente a los cambios de humedad o retrasos que puedan ocurrir en el proceso de litografía.

3.1.1. Litografía óptica

Luego de la limpieza del sustrato y la colocación de HMDS, el proceso de litografía continúa con el depósito de fotoresina. Los pasos son esquematizados en la Figura 3.2. El procedimiento utilizado en este trabajo de Tesis se conoce como *spin-coating*. Otras técnicas como *spray-coating* o *dip-coating* también se utilizan en la industria o I+D pero se utilizan para cubrir superficies no planas o de gran tamaño.

El procedimiento consiste en el depósito de algunos mililitros de fotoresina sobre la muestra que es sujeta al soporte por vacío. Al acelerar la muestra, la fotoresina se extiende sobre la superficie. Parte del volumen depositado es expelido dejando una película uniforme de algunos micrones de espesor. Durante los primeros segundos, parte del solvente de la fotoresina se evapora reduciendo aún más su espesor dejando solo del 10 al 35 % del solvente. Al finalizar el *spin coating*, la muestra rota a velocidad constante por algunos

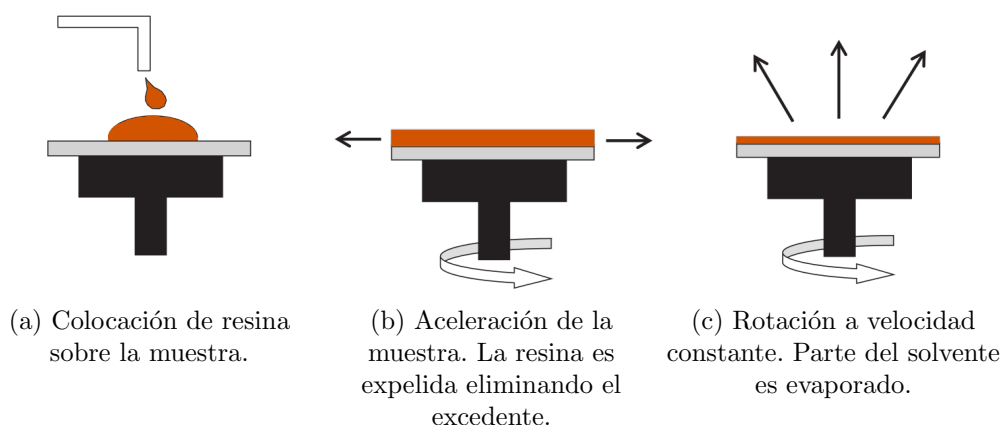


Figura 3.2: Procedimiento de *spin-coating*. Imagen adaptada de [41].

segundos para uniformizar el espesor. Este proceso se suele realizar bajo una campana de extracción, en una región de la sala limpia de clase 100 para favorecer la evaporación y evitar la contaminación del sustrato con partículas que puedan dejar zonas descubiertas por fotoresina². El espesor final de la muestra depende del tipo de resina, de la aceleración, la velocidad y el tiempo de cada paso.

Luego continuamos con el precocido de la fotoresina. El objetivo de este paso es remover el resto de solvente en volumen (PGMEA) dejando solo el 5 %. El proceso se suele realizar a una temperatura menor a los 100 °C en un horno o plancha calefactora. Este paso, entre otras cosas, garantiza que la cantidad de solvente sea baja durante procesos posteriores como metalizaciones o ataques de superficies, evitando la contaminación con vapores de solvente. Un excesivo precocido en tiempo o temperatura puede degradar a la fotoresina ya que parte del compuesto fotoactivo se descompone durante el calentamiento.

En este punto, es fundamental incorporar un paso de rehidratación. Durante el precocido no sólo se evapora el resto de solvente sino que también parte del vapor de agua. La cantidad de vapor de agua contenida en el volumen de la fotoresina tiene un impacto directo en el tiempo de revelado y

²Vulgarmente conocidas como “estelas de cometas”.

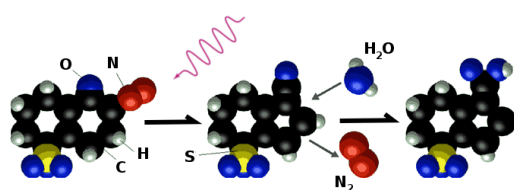
en el perfil de la fotoresina [42]: a menor concentración de agua en volumen, mayor tiempo de revelado y se obtiene un perfil menos recto³. Es por eso que si no se introduce este paso durante la fotolitografía, es posible llegar al momento del revelado con una concentración de agua baja. Si este tiempo no es controlado, entonces el tiempo de revelado es prolongado y no es repetible. Es importante notar que este paso debe ser incorporado antes de la exposición debido a que las moléculas de agua son mediadoras en la fotoreacción como mencionaremos más adelante. La duración del paso de rehidratación depende principalmente de la humedad relativa del entorno donde se realiza la litografía y del espesor de la película de fotoresina.

Luego de la rehidratación, el siguiente paso es la exposición. Durante la exposición la fotoresina es iluminada con luz ultravioleta. Cada fotoresina es sensible a determinada longitud de onda dentro del acotado espectro UV. Típicamente, las fotoresinas se sintetizan para tener el pico del espectro de absorción en alguna de las líneas **i** (365 nm), **g** (405 nm) o **h** (435 nm) del espectro característico de una lámpara de descarga de Hg.

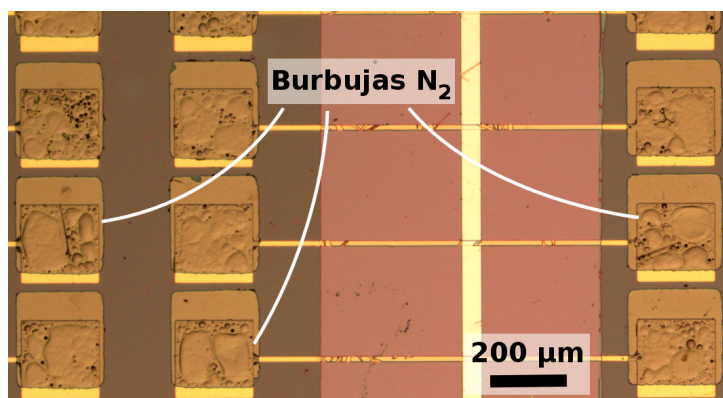
El compuesto fotoactivo que posee la fotoresina es el DNQ-sulfonato (DNQ = C₁₀H₆N₂O). Resumidamente, a los fines prácticos de esta introducción e ignorando los detalles de las reacciones químicas, durante la exposición se quiebra el enlace N=O del compuesto DNQ y liga H₂O en su lugar para convertirse en un nuevo compuesto (Figura 3.3a). Luego de la fotoreacción, la molécula de N₂ es liberada en forma gaseosa, difundiendo por la matriz de la resina. A diferencia del DNQ no modificado, el nuevo compuesto posee ahora mayor solubilidad frente al revelador. De esta forma, la región iluminada será eliminada durante el revelado. Las resinas que poseen este compuesto o responden frente a la radiación UV de manera análoga se denominan fotoresinas positivas. Por el contrario, si la región expuesta a UV no es eliminada, estamos frente a una fotoresina negativa.

Luego de la exposición, es fundamental introducir un paso de desgasa-

³Durante la rehidratación las moléculas de vapor de agua deben difundir del aire hacia la película de fotoresina. Si la difusión no es completa y solo se consigue rehidratar parcialmente el espesor de la fotoresina, es posible que exista un gradiente de concentración agua en la dirección normal al sustrato que produzca un revelado inhomogéneo con bordes redondeados.



(a) Fotoreacción del DNQ-sulfonato.



(b) Colocación de resina sobre la muestra.

Figura 3.3: (a) Fotoreacción del compuesto DNQ. Imagen tomada de [42]. (b) Evidencia de burbujas de nitrógeno y vapor de agua luego de un recocido a 190 °C en plancha calefactora por 10 min. Imagen adquirida luego del revelado y posterior crecimiento del Al (cuadrado gris desalineado). La fotoresina remanente producto de un revelado insuficiente por omisión del tiempo de desgasado, libera N_2 y vapor de agua produciendo burbujas debajo del contacto metálico.

do durante la litografía. Luego de la exposición se espera que la fotoresina comience a liberar el N_2 gaseoso generado en volumen. En caso de no introducir este paso, en la capas de films delgados depositados podremos observar burbujas debido a su difusión del N_2 gaseoso (3.3b).

El siguiente paso concluye la litografía: el revelado. Aquí, la muestra es sumergida en una solución acuosa alcalina conocida como revelador. El revelador ataca las regiones expuestas de las resinas positivas o las regiones no expuestas en las resinas negativas. El revelado típicamente insume algunos minutos y al finalizar es fundamental limpiar la muestra en un baño de H_2O -DI. La compatibilidad con algunos metales es importante a la hora de elegir el revelador. El principal componente de los reveladores suele ser un hidróxido como el KOH o NaOH por lo que en caso de trabajar con sustratos metálicos cuyas tasas de ataque frente a KOH sean elevadas es preferible

recurrir a otro tipo de reveladores.

Hemos mencionado que existen fotoresinas positivas y negativas y que su principal diferencia es la sensibilidad frente a la radiación⁴. Sin embargo, es importante destacar que este no es el único aspecto que las diferencia. Si realizamos un corte transversal de la litografía recién revelada notaremos una diferencia en la inclinación que presentan los perfiles. En el esquema de la Figura 3.4 se muestra la diferencia. La fotoresina positiva presenta un perfil “abierto” mientras que la fotoresina negativa presenta un perfil “cerrado”, comúnmente conocido como *undercut*. Ambos casos se contrastan con el ejemplo ideal. Siendo rigurosos, además del tipo de fotoresina existen varios factores que hacen más o menos pronunciado al perfil. Por ejemplo, la intensidad de luz recibida durante la exposición, la reflectividad del sustrato, la humedad relativa y el tiempo de rehidratación, y el precocido.

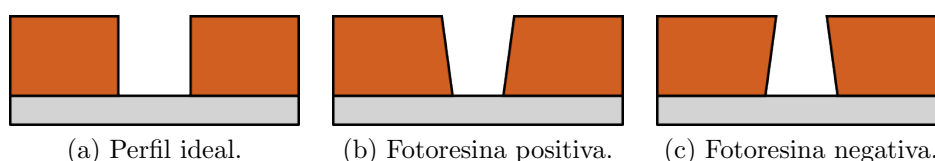


Figura 3.4: Perfiles de fotoresinas según su tipo.

Durante la exposición hemos pasado por alto el sistema por el cuál se transfiere el patrón a la fotoresina. Ya hemos mencionado que para escribir la fotoresina se entregan fotones UV que consiguen modificar el compuesto fotoactivo haciéndolo más o menos soluble al revelador. Debemos distinguir entonces los dos sistemas de litografía óptica más comunes.

Litografía con máscara

En la litografía con máscara, la radiación electromagnética es entregada por un sistema óptico compuesto por lentes, espejos, filtros y una lámpara de descarga de Hg como el que se observa en la Figura 3.5a. Este sistema forma parte de un equipo conocido como alineadora de máscaras. La luz proveniente

⁴También existen fotoresinas positivas que mediante una cocción luego de la exposición se transforman en negativas y se revierte el patrón transferido.

de la lámpara es filtrada y distribuida uniformemente sobre el sustrato. El modo más común es la litografía de contacto en el cuál un sistema mecánico asegura que la máscara y el sustrato se encuentren paralelos y en íntimo contacto. De esta forma, el patrón que posee la máscara produce una sombra geométrica, bien definida, sobre la fotoresina. El equipo recibe el nombre de alineadora de máscaras debido a la capacidad de inspeccionar la muestra y permitir la alineación entre ella y la máscara. Esto es un requisito para la correcta construcción de dispositivos con varios pasos de litografía.

Típicamente, las máscaras son de cuarzo debido a que el espectro de transmisión en la región UV es elevado. Existen otros modos de la litografía con máscara como proximidad, de proyección o de cambio de fase pero no los cubriremos en esta introducción.

En este trabajo de Tesis, haremos uso de la alineadora de máscaras EVG 620 del CMNB-INTI y emplearemos máscaras de cuarzo. El equipo cuenta además con un accesorio que permite utilizar filminas de acetato comerciales como máscaras.

Litografía sin máscara

El otro sistema de litografía óptica que utilizaremos en este trabajo de Tesis consiste en la escritura directa por láser. Un esquema simplificado del equipo se puede apreciar en la Figura 3.5b. El sistema utiliza un láser con emisión en el UV para fotoactivar a la resina. Mediante un sistema óptico que finaliza con un objetivo, se enfoca el haz sobre el sustrato y se lo desplaza mediante un conjunto de piezoeléctricos en xyz para conseguir definir el patrón deseado localmente. El recorrido de los piezoeléctricos está restringido a unos pocos micrones por lo que el sistema cuenta con dos plataformas en xy que permiten desplazar al sustrato distancias mayores. Tanto las plataformas xy como los piezoeléctricos poseen sistemas de realimentación basados en interferómetros ópticos para poder determinar con precisión nanométrica la posición del sustrato.

Además, estos equipos suelen contar con sistemas de vacío para sostener el sustrato, campana de extracción propia para evitar la adhesión de partículas

mientras se escribe y un sistema de inyección de N_2 en torno al objetivo que permite determinar la posición en z y corregir la distancia de trabajo frente a una eventual modificación en la topografía de la muestra. También este sistema se suele emplear para el diseño de máscaras.

En la Tesis utilizaremos el equipo LDW 2000 de Heidelberg Instruments del INL.

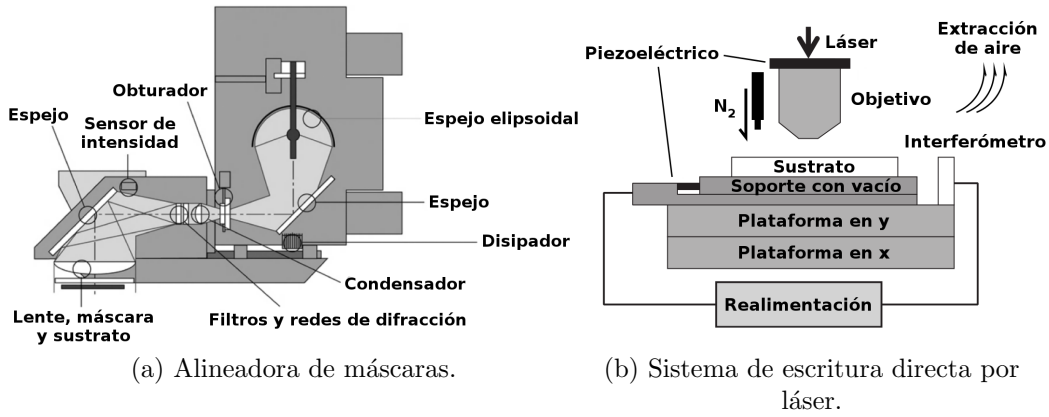


Figura 3.5: (a) Alineadora de máscaras. (b) Sistema de escritura directa por láser. Imágenes adaptadas de [41].

Finalmente, agregamos un comentario final sobre la resolución. En litografía, la resolución se define como la dimensión del menor detalle posible más la distancia al siguiente detalle litografiado. En otras palabras, la resolución es la dimensión de la línea más el espacio siguiente, conocida también como *pitch*.

Ambos sistemas de litografía están basados en óptica por lo que la resolución está determinada por la teoría de difracción. En el modo proximidad se puede calcular mediante difracción de Fresnel obteniendo la siguiente expresión aproximada $l \sim \sqrt{\lambda(g + \frac{t}{2})}$ donde λ es la longitud de onda de máxima sensibilidad de la fotoresina, g la distancia entre la máscara y el sustrato y t el espesor de la resina [41]. Tomando los valores empleados en este trabajo de Tesis, $\lambda \sim 400$ nm, asumiendo una distancia $g = 5$ μ m y un espesor $t = 4$ μ m, la resolución resulta $l \sim 1.6$ μ m. Es decir, los detalles y diseños que implementemos en este trabajo, estarán por encima de estas dimensiones

cuando se utilice la litografía con máscara.

En el caso de la litografía sin máscara, la escritura directa por láser presenta un límite de resolución levemente menor. La teoría indica que el láser no podrá enfocarse más allá de $d = \frac{\lambda}{2\text{NA}}$ donde NA es la apertura numérica del objetivo (límite de difracción de Abbe [43]). Tomando como criterio de resolución $l \sim 2d$, una longitud de onda de 400 nm y una apertura numérica de 1 (cerca de la máxima para objetivos de aire) tenemos que la resolución del sistema de escritura directa es 0.4 μm . Debemos considerar este número como un límite ya que no consideramos el espesor de la resina y el cambio de índice de refracción.

3.2. Crecimiento de películas delgadas

Las técnicas de crecimiento de películas delgadas se pueden clasificar según el principio por el cuál consiguen extraer material de un blanco y depositarlo sobre la muestra. Los dos grandes grupos son PVD y CVD. El primero hace referencia al depósito de material por la evaporación física (*Physical Vapor Deposition*) mientras que el segundo al depósito químico del vapor producido (*Chemical Vapor Deposition*). Aquí, sólo nos centraremos en la descripción del primero.

La idea principal de estas técnicas es la eyección del material del blanco, el transporte por la cámara de vacío hasta la muestra donde sucederá la reacción de crecimiento. Los mecanismos por los cuales se logran eyectar los átomos del material pueden ser variados. Por ejemplo, en la técnica *sputtering* los átomos del blanco se extraen por medio del bombardeo de iones de argón. En la técnica evaporación por haz de electrones el mecanismo es el calentamiento del blanco mediante un haz de electrones. En la técnica de depósito por láser pulsado (PLD), la ablación láser del material eyecta átomos o un conjunto de ellos. En la técnica evaporación térmica, el material se calienta hasta el punto de fusión para transformarlo a su fase gaseosa.

En resumen, el proceso de crecimiento de un film se puede describir como un proceso estadístico de nucleación, controlado por la difusión superficial

de los núcleos, la formación de una red de islas y el posterior llenado de la red para proporcionar una película continua. Detrás de esta explicación simplificada, encontramos una serie de modelos cinéticos y termodinámicos que clasifican al mecanismo de nucleación y crecimiento en tres modos: modo isla conocido como Volmer-Weber, modo capa tras capa conocido como Frank-van der Merwe, y modo mixto o Stranski-Krastanov. Salvo crecimientos epitaxiales o con control de capas atómicas (*Atomic Layer Deposition*), el modo de crecimiento suele ser el de isla. En la Figura 3.6 se ilustran estos tres modos.

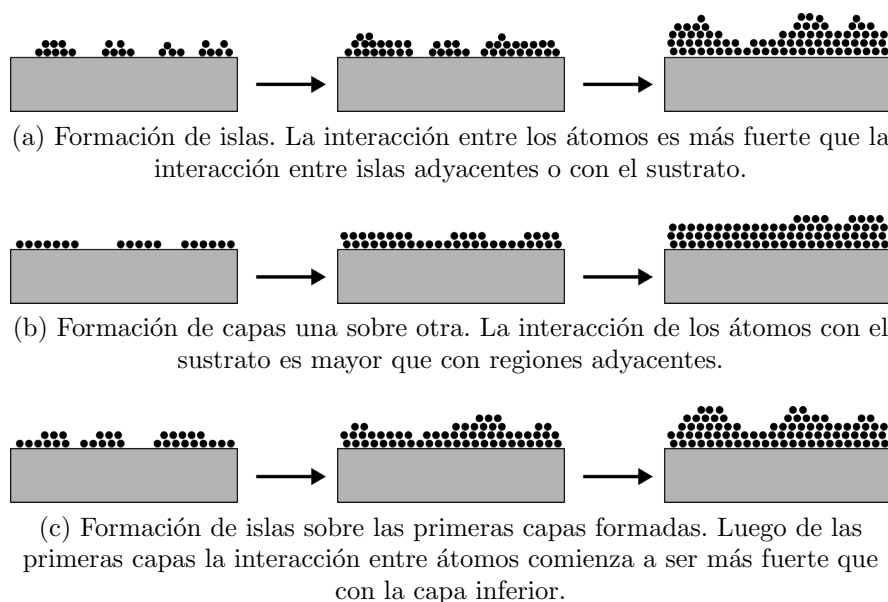


Figura 3.6: Modos de crecimiento de un film delgado.

Para garantizar que los únicos núcleos que se depositan en la muestra sean los del material eyectado, es necesario conseguir un buen nivel de vacío dentro de la cámara donde se realiza el depósito. Los sistemas de vacío de estas técnicas son de dos o tres etapas dependiendo de la presión de base del proceso. Típicamente, la primera etapa consiste en una bomba mecánica preferentemente libre de aceite tipo *roots* o *scroll* seguida de una bomba turbomolecular. Técnicas de crecimiento epitaxial por haces moleculares (MBE) requieren niveles de vacío más altos por lo que a veces cuentan con bombas iónicas o trampas de nitrógeno líquido.

3.2.1. *Sputtering*

La técnica de *sputtering* se basa en la ionización de átomos inertes para la erosión de los blancos. Para ello se introduce un gas en la cámara y se aplica un campo eléctrico entre el ánodo, donde se coloca el sustrato, y el cátodo, donde se ubica el blanco (Figura 3.7). A partir de un momento dado, se produce una descarga autosostenida mediante la reacción de la Ecuación 3.1. Así, los átomos del gas inerte y aislante se irán ionizando, transformando el medio en un gas conductor, es decir, un plasma. Mientras tanto, los iones son acelerados por el campo eléctrico hacia el cátodo liberando los átomos del blanco y produciendo electrones secundarios. Estos últimos electrones también favorecen a esta cascada de reacciones que mantienen la descarga. El otro mecanismo que sucede dentro de un plasma es la excitación (Ecuación 3.2). Este mecanismo, además de ensanchar el espectro de energías de las especies, es el que causa la emisión de fotones de la descarga *glow* por medio del decaimiento de las especies excitadas. Los detalles de la física de la descarga autosostenida implican la descripción de los modelos de Paschen y Townsend [44], tarea que escapa a los objetivos de esta introducción.

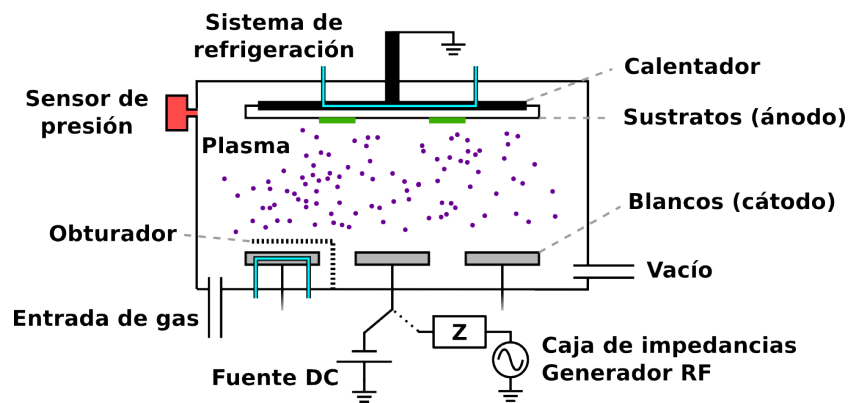
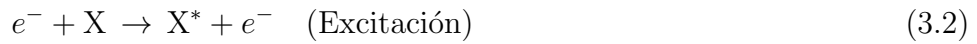
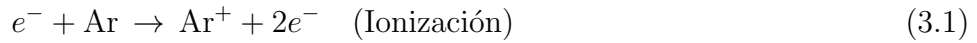


Figura 3.7: Sistema de *sputtering* para crecimiento de películas delgadas.

Las presiones involucradas en esta técnica deben permitir que las especies

atraviesen la cámara por lo que se busca que el camino libre medio (λ) sea comparable a las dimensiones de la misma. Mientras la presión sea baja, i.e. <1 mTorr, el camino libre medio de los iones acelerados es suficiente para cruzar la cámara e incidir sobre el blanco⁵. De esta forma, el golpe de los iones de alta energía arranca el material del blanco y los átomos atraviesan la cámara para luego ser adsorbidos en la superficie de la muestra. Típicamente, los depósitos se realizan a entre 0.1 y 10 mTorr dando lugar a λ del orden de los centímetros. Para registrar estas presiones los sistemas de *sputtering* cuentan con sensores que trabajan en todo el rango de presiones hasta 0.1 mTorr o menos. Estos son sensores Pirani y de cátodo frío, por ejemplo.

Una de las ventajas de esta técnica es la posibilidad de depositar tanto materiales conductores como Ti, Al, Cu o aleaciones más complejas y materiales aislantes como óxidos o nitruros. Esta versatilidad se debe a la capacidad de intercambiar la fuente que polariza los blancos. Los materiales conductores es posible depositarlos mediante DC o RF. En cambio, resulta imposible depositar materiales aislantes mediante el modo DC debido a la carga generada sobre el blanco. En la mayoría de los sistemas comerciales de *sputtering* la fuente de RF es operada a 13.56 MHz y posee una caja de impedancias para optimizar la transferencia de potencia al plasma.

La configuración preferencial de esta técnica, conocida como *magnetron sputtering*, se vale de un imán ubicado detrás del blanco para confinar los electrones secundarios sobre el mismo. Esto ayuda a aumentar la tasa de ionización lo que conduce a un aumento de la contribución de los iones a la corriente. En consecuencia, aumenta la tasa de depósito y permite realizar los depósitos a baja potencia (~ 1 kW).

En este punto vale citar algunos aspectos importantes del *sputtering*. Sigmund en 1969 desarrolló la teoría del mecanismo de *sputtering* en gran acuerdo con resultados experimentales [45]. De su trabajo, lo primero a destacar es

⁵En rigor, para evaluar si los iones pueden alcanzar la muestra se deben considerar las dimensiones de la cámara. Ignorando la existencia de especies cargadas y tratando a las partículas como esferas rígidas, el camino libre medio puede calcularse como $\lambda = \frac{RT}{\sqrt{2}\pi(r_1+r_2)^2 N_A P}$ con R la constante de los gases ideales, T la temperatura de la cámara, $r_{1,2}$ el radio de los átomos reactivos y de la muestra, N_A el número de Avogadro y P la presión [44].

la dependencia de la producción del mecanismo de *sputtering* con la energía. La producción o rendimiento de *sputtering* (*sputter Yield*) se define como $S = \frac{\text{átomos removidos}}{\text{iones incidentes}}$. En el rango de energías donde trabajaremos nosotros, esto es, ~ 400 eV, S es proporcional a la energía. Esto es importante ya que en el caso de bombardeo con Ar^+ (de carga $1e$), las energías de los iones son directamente la tensión aplicada entre los electrodos, es decir $E = qV$. De esta forma, resulta fácil relacionar S con la tensión del proceso. En la Figura 3.8a se muestra la relación general que existe entre la producción S y la energía E . En la Figura 3.8b se ejemplifica con argón que es el que usaremos en este trabajo de Tesis.

Otro aspecto importante es la dependencia de S con el material del blanco. En el mismo rango de energías, $S \propto \frac{1}{U_0} \frac{M_{\text{blanco}} M_{\text{ion}}}{(M_{\text{blanco}} + M_{\text{ion}})^2}$ con U_0 la energía de sublimación del material y M las masas del ion y de los átomos del blanco. El primer factor hace referencia a la energía que el ion debe transferir para desligar un átomo de la superficie mientras que el segundo factor hace referencia a la eficiencia de esa transferencia según las masas de cada especie. En la Figura 3.8c podemos ver cómo S varía para cada elemento, en función del número atómico. De la figura, comparando los materiales entre sí, podemos inferir que la producción crece consistentemente a medida que se van llenando los orbitales electrónicos d de los átomos. Este comportamiento explica porqué al depositar Au o Al tendremos una mayor tasa de depósito que al depositar Ti. En esta misma dirección, podemos mencionar el cambio que se produce en la tasa de depósito cuando realizamos *sputtering* reactivo. Cuando el depósito es reactivo con iones de argón y oxígeno y partimos de blancos metálicos, la tasa de depósito disminuye cuando la presión parcial de oxígeno aumenta. Cuando la presión parcial de oxígeno es alta, la superficie del blanco se oxida y la tasa disminuye marcadamente [46].

Por último, se sabe que para *magnetron sputtering* la relación I - V del plasma sigue una ley de potencias según $I = kV^n$ donde n un factor que depende de cuán eficiente sea el confinamiento de los electrones secundarios por el campo magnético [46]. Teniendo en cuenta que los equipos permiten controlar la corriente, la tensión o la potencia podemos también enunciar que $P = IV = kV^{n+1}$. Relacionando esta observación con lo dicho al comienzo,

podemos ver que al aplicar mayor potencia sobre el plasma, tendremos mayor tensión y, por consiguiente, mayor energía tendrán los iones que impacten sobre el blanco. Como resultado tendremos mayor producción S o, en otras palabras, un aumento en la tasa de depósito.

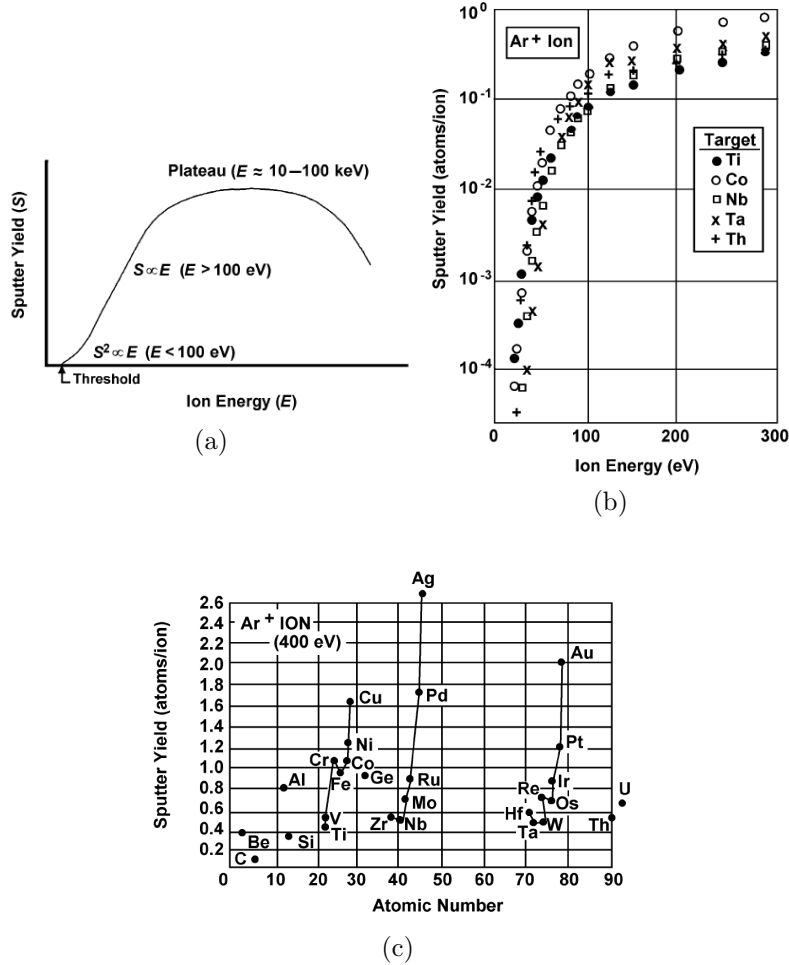


Figura 3.8: (a) Producción de *sputtering* S en función de la energía E . (b) S vs. E para diferentes blancos bombardeados con iones de Ar. (c) S en función del número atómico. Imágenes tomadas de [47].

Finalmente, mencionamos algunos de los accesorios de gran utilidad que caracterizan a los sistemas de *sputtering* (Figura 3.7). Los equipos poseen obturadores para evitar que se deposite material sobre la muestra durante la limpieza de los blancos o durante el comienzo del plasma cuando aún es

inestable al descarga. Además cuentan con un soporte calefactor para realizar el depósito en temperatura y conseguir películas cristalinas. Asimismo, todo el equipo está refrigerado. La gran cantidad de colisiones que ocurren sobre el blanco y la muestra, elevan su temperatura, ocasionando efectos indeseados como dilatación de los materiales, cocción indeseada de fotoresina o cambios de estructura cristalina, entre otros. Por otro lado, la entrada de gases no sólo está dedicada al ingreso del gas inerte a la cámara sino que es habitual insertar gases reactivos para realizar películas de determinados compuestos. Tal es el caso de este trabajo de Tesis donde depositaremos dióxido de titanio a partir de un blanco de Ti y una atmósfera rica en oxígeno.

Otra ventaja de estos sistemas es la posibilidad de invertir la polaridad de la tensión entre el blanco y la muestra. De esta manera, los iones colisionan sobre la muestra causando la erosión de la misma. Frecuentemente, esta opción se utiliza para limpiar el sustrato antes de depositar el film.

Esto motiva la introducción de las técnicas de ataque ya que el bombardeo de iones es uno de los principales mecanismos involucrados en los ataques por plasma.

A lo largo de esta Tesis empleamos los equipos Timaris FTM de la empresa Singulus del INL y Auto 500 de la empresa BOC Edwards del CMNB-INTI.

3.3. Técnicas de ataque a superficies

Las técnicas de ataque a superficies se utilizan para erosionar químicamente o físicamente áreas desprotegidas. Ya sea para limpiar superficies o atacar sustratos para definir un contacto en la muestra las técnicas de ataque constituyen la base de cualquier fabricación. Una simple clasificación permite diferenciar a las técnicas en ataques por vía húmeda y ataques por plasma. La primer clase hace referencia a reacciones químicas entre una solución líquida y la muestra sólida de tal forma que se generan productos solubles. La segunda clase también hace referencia a reacciones químicas pero en este caso el reactivo es un gas que ataca a la muestra sólida. En este

último caso, se suele utilizar un plasma para aumentar la tasa de reacción o inclusive asistir la reacción con un haz de iones pesados [48].

El aspecto más importante de estas técnicas es la selectividad, es decir, la capacidad de atacar un material determinado sin modificar a otros. En la bibliografía podemos encontrar ataques estándar o recetas ya estudiadas para cada material. Williams *et al.*, en sus dos *reviews*, uno de 1996 [49] y otro de 2003 [50], cubren un gran porcentaje de la inmensa variedad de ataques existentes. Vale aclarar que las proporciones de los componentes en las soluciones pueden variar levemente según el autor.

3.3.1. Ataque húmedo

El primer ataque que describiremos se denomina “limpieza estándar” SC1 (por sus siglas en inglés) o RCA1 por haber sido desarrollada por la empresa RCA en la década del '60. Consiste en una solución de peróxido de hidrógeno, amoníaco y agua según las proporciones $\text{H}_2\text{O}_2(30\%):\text{NH}_4\text{OH}(29\%):\text{H}_2\text{O} = 1:1:5$. Para aplicar esta solución se sumerge la muestra durante 10 min en un baño de SC1 a 70 °C. Este ataque se suele utilizar junto con el SC2 o RCA2, una solución de ácido clorhídrico, peróxido de hidrógeno y agua en proporciones $\text{HCl}(37\%):\text{H}_2\text{O}_2(30\%):\text{H}_2\text{O} = 1:1:8$ que se aplica sobre la muestra durante 10 min a 80 °C. El objetivo de estas dos soluciones es remover isotrópicamente todo tipo de residuos orgánicos y partículas metálicas adheridas a la superficie. Las partículas sobre el sustrato son removidas mediante su oxidación y posterior disolución o bien por ataque de la superficie a la que se adhieren. Itano *et al.* demostraron en [51] que controlando el pH de las soluciones SC1 y SC2 es posible modificar el potencial entre la superficie y las partículas removidas, evitando su redeposición. Las dos soluciones SC1 y SC2 modifican levemente la superficie de la muestra y, en caso de Si, algunos Å de óxido de silicio crecen en la superficie. En nuestro caso, trabajaremos mayormente sobre sustratos aislantes de Si con óxido térmico por lo que el SiO_2 crecido no será un inconveniente.

Por último, el ácido fluorhídrico (HF) es un ataque típico empleado para remover óxido de silicio y metales como Ti o Al isotrópicamente. Las tasas

de ataque suelen ser elevadas aún con diluciones 25:1 de $\text{H}_2\text{O}:\text{HF}$ (49 %), por ejemplo, a temperatura ambiente la tasa es 9.7 nm/min para el SiO_2 térmico [50]. Las reacciones químicas involucradas en este ataque pueden encontrarse en [52]. A diferencia de las técnicas anteriores que se aplican en recipientes de vidrio *soda-lime* basados en SiO_2 (vasos de precipitado, cristalizadores, etc.), en esta técnica debemos emplear recipientes de polietileno o teflón (PTFE).

3.3.2. Ataque por plasma

Los ataques por plasma se valen del mecanismo de bombardeo de iones. Los equipos donde se llevan a cabo los ataques son similares al de la Figura 3.7. Usualmente, la opción de acelerar los iones con un campo eléctrico DC no es deseada ya que puede dañar la muestra por acumulación de carga. En su lugar se utiliza campo eléctrico de RF (13.56 MHz) conectado al soporte de la muestra. Al igual que en la técnica *sputtering*, el gas inerte que ingresa a la cámara es ionizado para crear el plasma que contiene diferentes especies: átomos o moléculas excitadas, ionizadas y neutras. En algunos casos, se suele suministrar un gas precursor para dar lugar a reacciones químicas que le den un carácter selectivo al ataque. Esta estrategia es la empleada en la técnica RIE (*Reactive Ion Etching*). En este trabajo de Tesis, el ataque por plasma será utilizado en equipos diseñados para *sputtering*.

Ion milling

En la técnica *ion milling* la muestra no está en contacto con un plasma por lo que no pertenece estrictamente a esta categoría. Sin embargo, el mecanismo que utiliza la técnica es la erosión por bombardeo de átomos, es decir, *sputtering*. Como veremos, el ataque es anisotrópico y, a diferencia de los ataques anteriores, no es selectiva. Esto puede significar una ventaja cuando se trabaja con aleaciones que son difíciles de atacar por técnicas selectivas como ataques húmedos o RIE. El mecanismo de esta técnica es completamente físico ya que se suele bombardear con iones de gases inertes como Ar, Xe, etc. En la Figura 3.9 se esquematiza el equipo de esta técnica. En una cámara de descarga, los átomos del gas inerte son ionizados mediante el bombardeo de

electrones. Un filamento caliente (cátodo) funciona como fuente de electrones que son colectados por el ánodo ubicado junto al electroimán. Un campo magnético se usa para confinar a los electrones y aumentar la probabilidad de ionización. Las colisiones entre los electrones y los átomos del gas generan el plasma. Las grillas de Kaufman se encargan de formar el haz de iones [53]. Los iones positivos son repelidos por el ánodo y son confinados por la grilla pantalla (a un potencial similar al del cátodo, menor al del ánodo). Luego, la grilla de aceleración es polarizada negativamente para extraer los iones y brindar aceleración para incidir sobre la muestra (colocada a tierra). A continuación, se coloca un neutralizador que introduce electrones para equilibrar la carga positiva de los iones. La grilla de aceleración repele a los electrones evitando que ingresen a la cámara de descarga. El neutralizador no busca recombinar los iones sino balancear la carga para evitar que los materiales dieléctricos que pueda contener la muestra no acumulen carga. La energía final de los iones resulta similar a la que poseían dentro de la cámara de descarga.

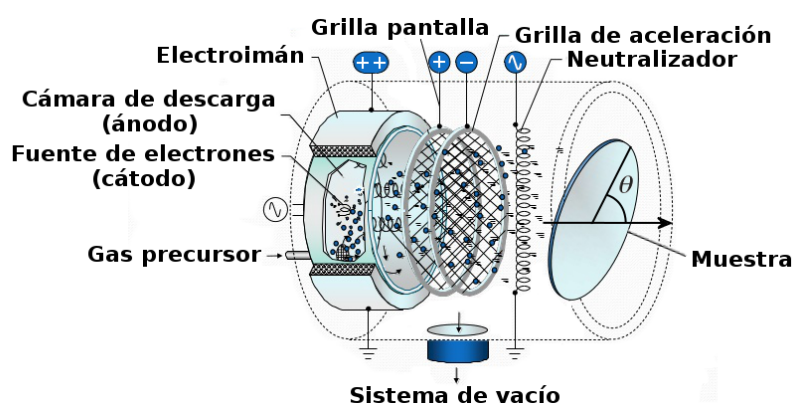


Figura 3.9: Ilustración del equipamiento utilizado en la técnica *ion milling*.

Esta técnica, no es selectiva y ofrece tasas de ataque bajas (10 a 100 nm/min según la energía de ligadura de la muestra). No obstante, presenta varias ventajas. En primer lugar, la corriente y el voltaje del haz se pueden controlar independientemente para ajustar la energía de los iones y la tasa de ataque. En segundo lugar, el soporte de la muestra se puede inclinar y rotar para modificar el ángulo de ataque y conseguir uniformidad. Esto resulta particularmente útil para remover la redeposición que se produce

al erosionar las muestras en incidencia prácticamente normal ($\theta \sim 100^\circ$). Por otro lado, debido a que la especie gaseosa es un gas noble puro, se puede incorporar un detector de composición elemental SIMS (*Secondary Ion Mass Spectroscopy*) en algún lugar de la línea de extracción para reconocer el material que está siendo erosionado.

En el Capítulo 6 usaremos el equipo Nordiko 7500 del INL junto con la colaboración de Ricardo Ferreira y Elvira Paz.

3.4. Empaquetamiento de IC y dispositivos electrónicos

En esta Sección describiremos el proceso de encapsulado general que se aplica en la industria de los semiconductores y que fue empleado en el trabajo de esta Tesis doctoral para empaquetar los dispositivos fabricados y poder estudiarlos en entornos fuera del laboratorio.

Básicamente, la etapa de empaquetamiento parte de la oblea con el IC ya fabricado y se divide en tres fases: el corte de la oblea (*dicing*), la soldadura de alambre (*wire-bonding* o WB) y la protección con resina epoxi (*molding*).

3.4.1. Corte de oblea

La primer fase consiste en el corte preciso de la oblea de silicio para separar los IC replicados en toda la superficie del sustrato. El corte se realiza con un motor tipo *spindle* que hace girar un disco diamantado a 30000 rpm. Con el objetivo de reducir las vibraciones y lograr un corte más preciso estos motores utilizan un colchón de aire y carecen de bujes y asientos para su rotor. Los discos empleados en este trabajo de Tesis producen un corte de $\sim 50 \mu\text{m}$ de ancho. Para lograr el corte correcto de la oblea debemos determinar la profundidad del corte. El disco debe penetrar en la oblea sin cortarla por completo de tal forma de evitar el desprendimiento de los fragmentos de silicio. Por ejemplo, para una oblea de $500 \mu\text{m}$ de espesor, el corte debe tener una profundidad de $475 \mu\text{m}$ aproximadamente. En cuanto a la oblea,

es sujeta por una cinta adhesiva y, a su vez, la cinta es sujeta por vacío para evitar que el sustrato se mueva durante el corte. Con el fin de evitar un aumento de temperatura en la oblea se inyecta un fluido refrigerante sobre la región del corte. Por último, para evitar que los dispositivos se dañen por la presencia del fluido o por la redeposición de residuos del corte se coloca una resina de protección sobre toda la oblea. En la Figura 3.10 se esquematiza el diagrama de flujo del proceso de empaquetamiento.



Figura 3.10: Proceso de empaquetamiento. La oblea con los dispositivos fabricados es cortada con un disco diamantado. Luego, cada *die* es fijado a un marco metálico. El proceso continúa con la conexión eléctrica por WB.

Una vez finalizado el corte completo de la oblea, cada fragmento o *die* es colocado en un marco metálico que determinará el tipo de encapsulado que tendrá el componente (DIP, SOIC, TSSOP, QFN, etc.). Luego, mediante la técnica de WB se realizan las conexiones eléctricas entre el *die* y el marco.

3.4.2. Soldadura de alambre termosónica

La soldadura de alambre, WB, es una etapa fundamental para el uso de los dispositivos y sus aplicaciones. Si bien no es la única variante para realizar las conexiones eléctricas entre el *die* y el encapsulado, hoy en día, más del 90 % de las interconexiones entre un IC y el marco metálico son realizadas por WB termosónico [54] (otras variantes son las técnicas *Flip-Chip*, *TAB* o *Ribbon-Wire-Bonding*).

El proceso que describimos a continuación se aplica al WB termosónico para bola (*ball bonding*). Tradicionalmente esta tecnología fue desarrollada para soldar alambres de Au pero debido a su elevado precio alternativas como el Cu son exploradas [55]. Los pads de soldadura para estos materiales pueden ser de Au, Al, Cu, Ag, Pd, Ni, entre otros. La unión mecánica queda conformada por la formación de aleaciones entre ambos materiales luego de fundirse. La fundición se produce por la absorción de energía térmica y mecánica aplicadas durante el proceso de soldadura por ultrasonido. La energía es transmitida por una herramienta, denominada capilar, que sirve de guía para el alambre y que soporta una bola de Au. Al presionar la herramienta, el transductor de ultrasonido entrega la energía a través de una vibración típicamente de 60 kHz con una amplitud determinada por el operador (algunas máquinas de soldadura llegan a operar a 125 kHz).

El material del capilar junto con su longitud determinan cómo se transmite la energía al extremo donde se aloja la bola. Al mismo tiempo que se aplica la vibración y la compresión, se calienta la muestra mediante una base calefactora para facilitar la unión de los materiales. Esto permite reducir la energía ultrasónica aplicada minimizando el riesgo de dañar la muestra. La sinergia de estos dos mecanismos hacen que se conozca a esta tecnología de WB como termosónica.

La descripción detallada del proceso de WB es como sigue: el proceso comienza con el alambre enhebrado en el capilar como se muestra en la Figura 3.11a. A partir del excedente de alambre se crea la bola mediante una descarga eléctrica controlada que es proporcionada por un electrodo que se posiciona debajo del alambre 3.11b. Este proceso es llamado EFO *Electrical Flame-Off*⁶. Durante la descarga se eleva la temperatura del alambre lo suficiente para fundir el material y permitir que se aglomere en forma de bola, libre de aire en su interior. El tamaño de la bola está determinada principalmente por dos variables: la longitud del alambre excedente y duración de la descarga. Con el proceso calibrado, la bola se funde y se aloja en la boca interior del capilar, Figura 3.11c. El capilar desciende hasta el *pad* de soldadura

⁶Se denomina *Flame-Off* en contraposición a las primeras técnicas que lograban fundir el material mediante el uso de torchas de hidrógeno y oxígeno.

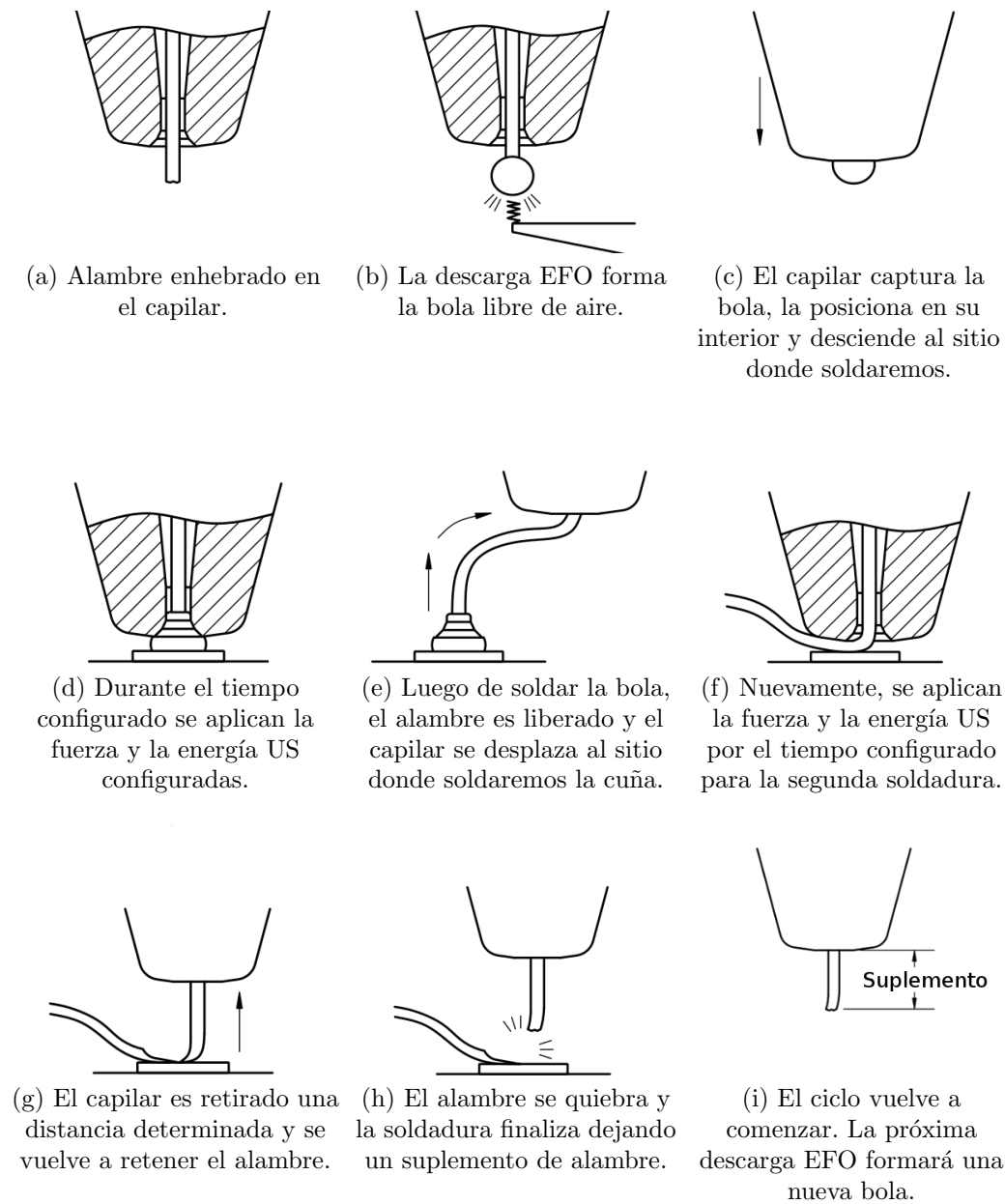


Figura 3.11: Proceso de *wire-bonding*. Paso a paso: desde la formación de la bola hasta la soldadura de la cuña (*wedge*) en el pad del encapsulado.

y aplica una fuerza F y un pulso ultrasónico US por un tiempo dado t sobre la bola, Figura 3.11d. En este punto, la compresión producida por la fuerza F comienza a unir ambos materiales. Al mismo tiempo, durante la primera

parte de la unión la energía ultrasónica ayuda a dispersar contaminantes y facilita la maduración de la soldadura en combinación con la energía térmica. Esta combinación también permite que la energía del pulso ultrasónico se mantenga lo suficientemente pequeña como para minimizar el daño en el dispositivo.

Luego del tiempo t , el alambre se libera y el capilar retrocede para desplazarse al siguiente *pad* para soldar la cuña o *wedge*, Figura 3.11e. Una vez en la posición deseada el capilar desciende y vuelve a aplicar una fuerza y un pulso ultrasónico durante un tiempo dado, Figura 3.11f. Luego de punzar el alambre, el capilar retrocede una distancia determinada y vuelve retener al alambre, causando su ruptura 3.11h. Esta última distancia recorrida fija la longitud del suplemento que dará lugar a la nueva bola en la siguiente soldadura.

En la Figura 3.12 se muestra la conexión eléctrica que se consigue mediante la técnica de WB de bola. Para evaluar si el proceso configurado es exitoso y confiable se realizan ensayos de tracción y de esfuerzo de corte sobre el alambre y ambas uniones, respectivamente. En caso de una soldadura débil pueden presentarse el levantamiento de bola (1) o bien levantamiento de la cuña (2). En caso de ser exitoso, los modos que se esperan son el quiebre de cuello en la bola (3) o el quiebre del alambre en plena extensión por exceso de tensión (4).

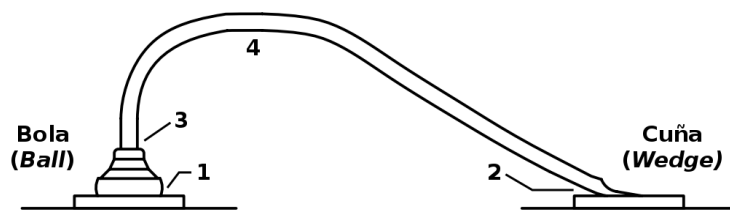


Figura 3.12: Resultado del proceso de *wire-bonding*. Se marcan los puntos donde se manifiestan los quiebres de la soldadura.

En el Sección 10.1 trabajaremos con un sistema de WB Au-Al, donde el alambre de oro será soldado sobre una estructura de metalización de aluminio. Este sistema presenta en las uniones diferentes compuestos metálicos Au_xAl_y que dan lugar a la soldadura. Estos compuestos surgen durante el proceso de

WB y continúan formándose durante las siguientes fases del empaquetamiento por los incrementos de temperatura. Son mecánicamente fuertes y buenos conductores eléctricos. El mayor problema que presentan es la generación de huecos de vacancias conocidos como *Kirkendall's voids*. Los átomos de Au o Al migran por difusión más rápido en una región que en otra haciendo que las vacancias se acumulen y formen huecos. Estos huecos, al igual que los diferentes compuestos, alteran la estructura de las uniones ocupando más o menos volumen. Si bien estas aleaciones son necesarias e inevitables al soldar Au-Al, el sistema es proclive a fallas del tipo (1) y (2). Es por ello que es fundamental determinar el tipo de falla presente luego de haber calibrado el proceso de WB.

También en la Sección 10.1 trabajaremos con un sistema de WB monometálico Au-Au. Este sistema es extremadamente confiable. No existen crecimientos intermetálicos como en el sistema Au-Al, no se corroe y tampoco sufre de otro tipo de degradaciones que sí sufren otras aleaciones. Notablemente, una soldadura Au-Au pobre mejora su resistencia con el tiempo y la temperatura [56]. Por otro lado, Palmer *et al.* han probado conexiones Au-Au durante 1000 h a 500 °C y no han encontrado degradación en las uniones [57]. También es posible soldar Au-Au mediante *wedge* WB ultrasónico a temperatura ambiente [54]. De todas formas, el oro suelda mejor y con alto rendimiento asistiendo el proceso con temperatura.

3.4.3. Colocación de la resina epoxi

La última fase del empaquetamiento es la colocación del encapsulante. Una vez realizadas las conexiones eléctricas, se coloca la resina epoxi para conformar la estructura del chip. De esta forma, el chip queda protegido frente al daño físico y es fácil de manipular por el ser humano o maquinaria automática *pick-and-place* para su integración en circuitos y PCBs. En la Figura 3.13 se muestra un corte transversal del integrado ya empaquetado.

Las resinas epoxi son polímeros con grupos epoxi que luego de endurecer presentan alta resistencia mecánica, eléctrica y térmica. El proceso de endurecimiento consiste en el curado de la resina a través de una homo-

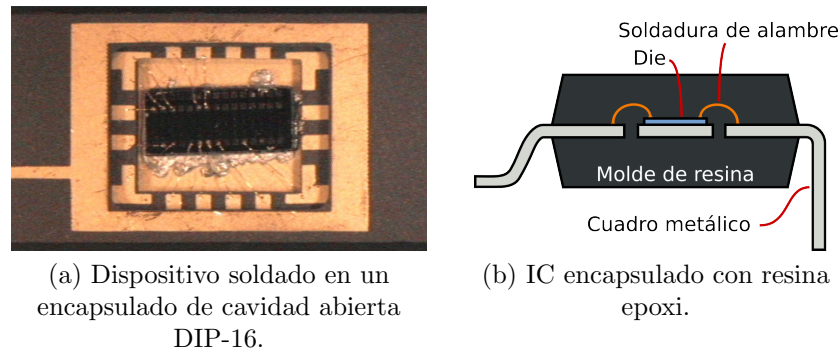


Figura 3.13: Última fase del empaquetado. (a) Luego de haber realizado las conexiones eléctricas mediante WB se coloca la resina epoxi. (b) Corte transversal de un IC encapsulado.

polimerización (resina de un compuesto) o una copolimerización (resina de dos compuestos). En el presente trabajo, utilizaremos para empaquetar una resina epoxi de dos compuestos. Es decir, la preparación de la resina la realizaremos con dos componentes, la resina propiamente dicha y el endurecedor. Durante el curado de la resina epoxi se produce el entrecruzamiento de las cadenas poliméricas mediante el catalizador (endurecedor). Típicamente, el endurecedor suele ser una poliamina, como la trietilentetramina (TETA), que una vez mezclada con la resina acelera la reacción de entrecruzamiento liberando calor y produciendo un aumento de temperatura (reacción exotérmica). La relación m/m o V/V depende de cada par polímero-endurecedor y por ende está determinada por el fabricante. En algunos casos, la reacción no libera el calor suficiente para producir el entrecruzamiento total por lo que se suele aplicar temperatura para evitar inhomogeneidades.

Vale aclarar que para los casos de fabricación a pequeña escala, pruebas de concepto o dispositivos de I+D se utilizan encapsulados comerciales de cavidad abierta ya que poseen conexiones internas estandarizadas entre los pads de soldadura y los pines externos. Estas conexiones son pistas de 1 - 10 μm de espesor de Au depositadas por técnicas de película gruesa como serigrafía. Típicamente estos soportes son plásticos o cerámicos como los formatos LTCC (*Low Temperature Co-fired Ceramic*), DIP (*Dual In-line Package*), SOIC (*Small Outline Integrated Circuit*), entre otros.

Capítulo 4

Técnicas de caracterización

En este trabajo, empleamos diferentes técnicas de microscopía para caracterizar films delgados o las muestras fabricadas. Por un lado, la caracterización de espesores y superficies se realizó mediante microscopía electrónica de barrido y de transmisión (SEM, STEM y TEM), y microscopía de fuerza atómica (AFM). Al mismo tiempo, para observar cortes transversales de los dispositivos fabricados fue necesario acudir a un microscopio de doble haz con un haz de iones enfocados (FIB). En cuanto a la caracterización eléctrica de los dispositivos, realizamos curvas de corriente-tensión (I - V) y capacidad-voltaje (C - V) en estaciones de prueba o en ambientes con radiación ionizante.

4.1. Técnicas de microscopía

Las técnicas de microscopía permiten resolver detalles de las muestras fabricadas en diferentes escalas, desde los milímetros a hasta algunos angstroms. Para ello cada una se basa en un tipo de interacción particular. Por ejemplo, las microscopías de sonda operan en la escala atómica y es posible sensor la presencia de átomos individuales valiéndose del potencial de Lennard-Jones que modela la interacción entre los átomos de la sonda y la superficie. Las microscopías electrónicas de barrido trabajan en el rango de los nanómetros y se basan en la interacción de los electrones con los núcleos y las nubes electrónicas de los átomos del material. Las técnicas de rayos X

se basan en la interacción de la radiación electromagnética con la materia. En los últimos dos casos mencionados, la energía de la partícula incidente (electrones o fotones) determina el volumen y los mecanismos de interacción con la materia.

4.1.1. SEM

En la microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés) los electrones emitidos atraviesan una serie de lentes magnéticas para ser enfocados sobre la muestra. En la Figura 4.1a se ilustra la configuración del microscopio. La fuente emite electrones monoenergéticos, de baja dispersión, de algunos eV. A lo largo de la columna son acelerados hasta alcanzar energías entre 1 a 20 keV típicamente. Las bobinas de barrido son las encargadas de desplazar el haz sobre el plano de la muestra. Electrones y fotones se emiten en cada posición donde se enfoca el haz y, posteriormente, son detectados. En la imagen de la Figura 4.1b se muestran las partículas generadas a partir de las interacciones. Los electrones secundarios forman la imagen SEM convencional, los electrones retrodispersados también pueden formar una imagen, los rayos X se usan para análisis de composición, la luz emitida se conoce como catodoluminiscencia y los electrones absorbidos se miden como corriente inducida por el haz de electrones a través de un colector.

El mecanismo de interacción de los electrones incidentes puede ser la dispersión elástica o inelástica. La dispersión elástica no transfiere energía a los átomos de la muestra. Estos electrones, si son dispersados con un ángulo mayor a 90° se denominan electrones retrodispersados (BSE) y a partir de ellos se pueden formar imágenes de la muestra que brindan información en profundidad, más allá de la superficie, debido a que portan mayor energía. Por otro lado, los electrones que interactúan inelásticamente dejan parte de su energía en los átomos del material, precisamente, en las nubes electrónicas. Como resultado, los átomos son ionizados o excitados produciendo electrones secundarios (<50 eV), fotones o rayos X.

Debido a la baja energía, solo los electrones secundarios generados en los primeros nanómetros de la muestra logran escapar de la superficie. Por este

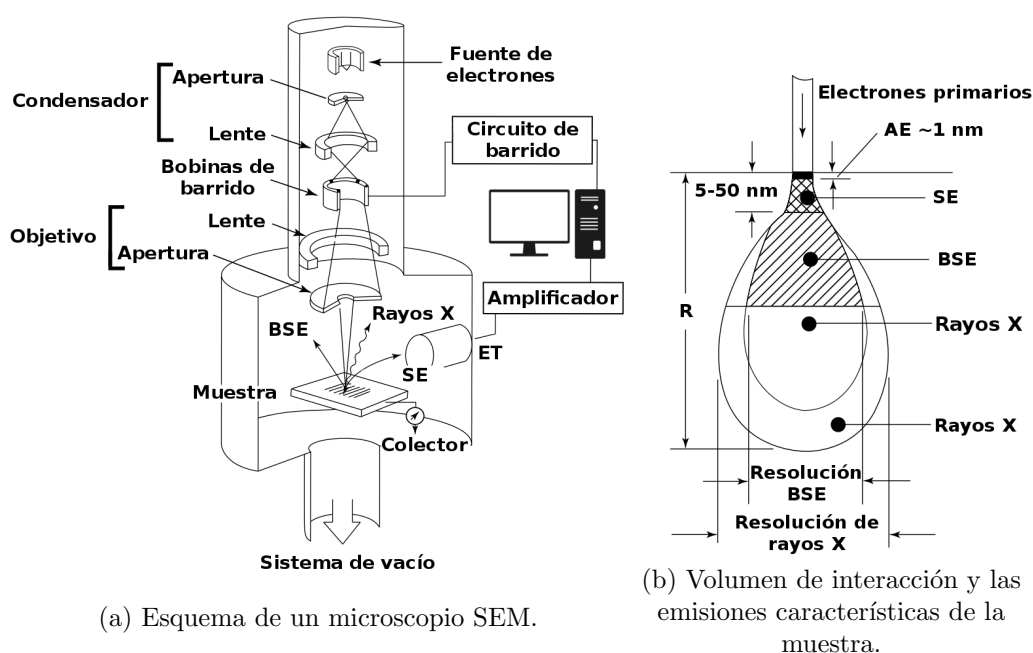


Figura 4.1: Microscopía electrónica de barrido. SE: electrones secundarios. BSE: electrones retrodispersados. AE: electrones Auger. ET: detector de SE. Imágenes adaptadas de [58].

motivo, la imagen de SEM se forma mediante un detector que mantiene una diferencia de potencial de varios kV con el sustrato. Este detector recibe el nombre de sus inventores Everhart-Thornley (ET).

La forma y profundidad R del volumen de interacción (Figura 4.1b) depende del número atómico del material, de la densidad ρ (g/cm³) y de la energía de los electrones primarios E (keV): $R = \frac{4.28 \cdot 10^{-6} E^{1.75}}{\rho}$ en cm [58]. A mayor energía, mayor penetración. Por ende, una imagen de SE con poca aceleración, por ejemplo ~ 1 kV, dará información sobre la superficie, mientras que una imagen de BSE de alta aceleración dará información sobre el interior del film. El contraste en las imágenes de SE depende fuertemente del ángulo de observación y de la rugosidad de la muestra más que del número atómico. En cambio, las imágenes de BSE sí son más sensibles al número atómico y menos a la rugosidad de la superficie. La resolución de esta técnica es del orden de los 10 nm.

4.1.2. STEM y TEM

El microscopio electrónico de transmisión de barrido (STEM) funciona con el mismo principio que el microscopio electrónico de barrido normal (SEM): formando un haz de electrones enfocado, se escanea la muestra mientras se recoge la señal deseada para formar la imagen. Sin embargo, a diferencia de SEM donde los electrones secundarios o retrodispersados se deben coleccionar sobre el detector, en STEM se detectan los electrones transmitidos. Para este tipo de microscopías se utilizan muestras delgadas para disminuir la atenuación del flujo de electrones. Una de las ventajas clave de STEM es tener múltiples detectores operando simultáneamente para recolectar la máxima información posible de cada barrido Figura 4.2. Un detector de campo claro (BF) detecta el haz transmitido y por ende orificios en la muestra aparecen brillantes, mientras que un detector de campo oscuro (ADF) excluye el haz transmitido y los agujeros aparecen oscuros. Cada detector de transmisión de STEM proporciona una visión diferente y complementaria de la muestra. Otra de las ventajas consiste en el uso de tensiones de aceleración (tensiones de columna) elevadas. Esto se traduce en un aumento de la penetración en la muestra o, lo que es lo mismo, se pueden tolerar muestras más gruesas. Pero la consecuencia más importante es la disminución de la longitud de onda del electrón conduce a una resolución espacial más alta y a la capacidad de ver configuraciones atómicas dentro de nanoestructuras [59]. Recordemos, que la energía de un electrón libre se puede calcular usando la relación de De Broglie $E = qV = \frac{p^2}{2m} = \frac{h^2}{2m\lambda^2}$, es decir, $\lambda \propto 1/\sqrt{V}$ por lo que a mayor tensión, menor longitud de onda. Por otro lado, la resolución, al igual que en óptica, se determina a partir de un criterio. Tomando el criterio de Abbe $d = \frac{0.61\lambda}{NA}$ y usando la relación de De Broglie tenemos $d \sim 1$ nm a 20 kV ($\lambda \sim 0.0087$ nm) con aperturas numéricas de 0.01 típicas de los sistemas magnéticos.

En el Capítulo 6 haremos uso de esta técnica con un detector de campo oscuro con forma de anillo. La técnica se conoce como HAADF por *High-Angle Annular Dark Field* y brinda un excelente contraste con el número atómico Z . El principio de adquisición de imágenes de esta técnica descansa en los fundamentos de la formación de imágenes incoherentes con electro-

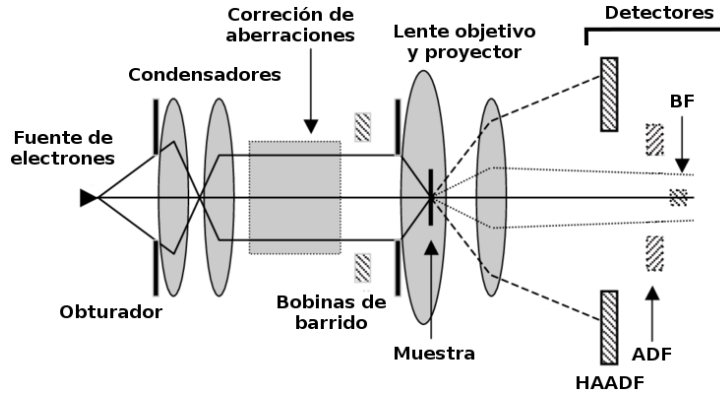


Figura 4.2: Esquema de un microscopio STEM. Imagen adaptada de [61].

nes dispersados en un gran ángulo y la dependencia de la sección eficaz de dispersión con Z [60].

En cuanto a la configuración, la microscopía TEM es bastante similar a la STEM. La principal diferencia es que se utilizan tensiones en la columna de aceleración del orden de los 200 kV. Esto conduce a una mejora considerable de la resolución pudiendo resolver la red cristalina en equipos de HRTEM (*High Resolution TEM*). Por otro lado, en TEM si se coloca un detector en el plano conjugado del objetivo (*back focal plane*) podemos ver la transformada de Fourier de la estructura del material, es decir, el patrón de difracción. La otra diferencia se basa en el mecanismo de formación de imagen. En STEM, el haz convergente de electrones que barre la muestra posee una cintura de unos pocos angstroms. En cambio, en TEM, el haz es paralelo e incide sobre gran parte de la muestra según el campo observado.

En cuanto a la resolución en TEM, también podemos recurrir a la relación de De Broglie. Sin embargo, las aceleraciones del orden de 100 kV obligan al electrón a acercarse a la velocidad de la luz por lo que debemos corregir la expresión teniendo en cuenta efectos relativistas [62]. De esta forma:

$$\lambda \sim \frac{h}{\sqrt{2m_0qV \left(1 + \frac{qV}{2m_0c^2}\right)}}$$

donde m_0 es la masa del electrón en reposo, c la velocidad de la luz, q la carga

del electrón, h la constante de Planck y V la tensión de la columna. Para una tensión de 200 kV, $\lambda \sim 0.0027$ nm. Nuevamente, utilizando el criterio de Abbe, la resolución resulta ~ 0.2 nm. Este valor debe ser considerada como límite ya que los sistemas de TEM poseen aberraciones que perjudican la resolución.

4.1.3. FIB

Un equipo de FIB (*Focused Ion Beam*) utiliza un haz de iones enfocado para observar y erosionar la muestra. El principio de funcionamiento es similar al SEM con la diferencia de que la fuente no es de electrones sino de iones. La fuente suele ser de galio por varios motivos. En primer lugar, por el bajo punto de fusión. Esto permite que la fuente sea de estado sólido y que durante su operación sea calentada para pasar a fase líquida y así poder ionizar los átomos para luego acelerarlos. En segundo lugar, su masa es lo suficientemente pesada como para erosionar (*local milling*) elementos pesados pero no tan pesada como para destruir la muestra inmediatamente. Finalmente, el galio se puede distinguir fácilmente de otros elementos, por lo que si ocurre implantación, es relativamente fácil filtrar el galio del análisis de la muestra.

Tener como un instrumento únicamente con FIB tiene como desventaja la constante erosión de la muestra aún cuando solo se desea observar el espécimen. Por este motivo, normalmente, los equipos poseen una columna de SEM que permite observar sin dañar. Por supuesto que esto encarece el equipo en términos económicos pero abre un abanico de opciones para estudiar materiales. En la Figura 4.3 se muestra un esquema simplificado de un instrumento de doble haz FIB-SEM.

Los iones de galio (Ga^+) suministrados por la fuente son confinados, acelerados y direccionados mediante el uso de obturadores, campos eléctricos y magnéticos. Así, se consigue formar un haz de iones que gracias a las bobinas de barrido recorren la muestra. También, este instrumento cuenta con un sistema de inyección de gas que permite liberar gases sobre la muestra que reaccionan con los iones de galio para producir nuevos materiales. Por ejem-

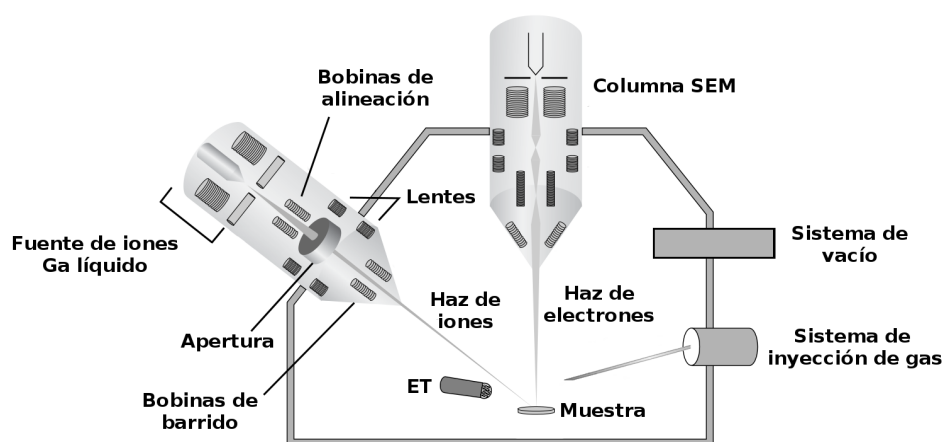


Figura 4.3: Esquema de un equipo de doble haz FIB-SEM. ET: detector Everhart-Thornley. Imagen adaptada de [63].

plo, mediante la liberación del compuesto metal-orgánico gaseoso $C_9H_{16}Pt$ y controlando la corriente del haz de iones es posible depositar Pt en los puntos focales del haz. De igual manera se pueden colocar diferentes compuestos en el sistema de inyección para depositar SiO_2 , W, Au, entre otros o bien para asistir al ataque de los iones con gases como XeF_2 .

Entre la gran variedad de aplicaciones que tiene el FIB, mencionamos la observación de cortes transversales de la muestra, la erosión de la superficie para observar las capas de los films depositados, micro y nanofabricación localizada a partir del mecanizado de la muestra mediante *milling* y el depósito de materiales, y la preparación de lamellas¹ para STEM o TEM.

En este trabajo, para las imágenes adquiridas por SEM, STEM y preparación de muestras por FIB (cortes transversales, pulidos y preparación de lamella) se utilizó el equipo Dual Beam Helios NanoLab 650 de FEI del CMNB-INTI con la colaboración de Pablo Granell, Luciano Patrone y Gustavo Giménez. Las imágenes de TEM fueron adquiridas con el equipo CM200UT de Phillips del CAB-CNEA en la colaboración de Mara Granada.

¹Una delgada lámina de sección transversal que posea la multicapa. El análogo a una “rebanada” de la muestra.

4.1.4. AFM

La microscopía de fuerza atómica es una microscopía diferente de las mencionadas arriba. AFM es una microscopía de sonda y como tal utiliza una sonda para sensar la topografía de una muestra. Como lo dice su nombre, el principio de funcionamiento se basa en la fuerza ejercida entre los átomos de la superficie de la muestra y la punta. El esquema de un microscopio de fuerza atómica puede verse en la Figura 4.4. El sistema se compone de la sonda típicamente de Si, un oscilador piezoeléctrico que controla la posición vertical de la sonda, un piezoeléctrico que desplaza a la muestra para producir el barrido a lo largo de la superficie y una sistema óptico. El sistema óptico consiste en un láser enfocado sobre la cara posterior pulida del *cantilever* (extremo de la sonda) de tal forma que la reflexión incide sobre un fotodiodo de 4 segmentos.

La sonda posee en su extremo un *cantilever*, una barra en voladizo con una estructura con forma de cono o pirámide en su extremo. Típicamente, el *cantilever* posee 100 μm de largo y 10 μm ancho y 100 nm de espesor. El ápice de la estructura cónica determina la resolución de la técnica. Una estructura muy puntiaguda, con un radio de curvatura pequeño, dará lugar a interacciones con pocos átomos mientras que una estructura más grande, con un radio de curvatura mayor podrá experimentar las interacciones de átomos más lejanos.

Al acercar la sonda a la superficie de la muestra, el *cantilever* comenzará a percibir una fuerza atractiva producto del potencial de Lennard-Jones (potencial que modela la fuerza de interacción). Una vez que se encuentran a una distancia del orden de los 0.2 nm, el término repulsivo de la fuerza comienza a primar. Esta dos regiones, atractiva y repulsiva, determina el modo de operación del AFM. Cuando la interacción es repulsiva diremos que el AFM se encuentra en el modo contacto. Cuando la interacción sea atractiva el AFM estará en modo no-contacto. Por último, si la posición del *cantilever* oscila entre estos dos regímenes, producto de la excitación del oscilador piezoeléctrico, diremos que estamos en el modo semi-contacto o *tapping*.

En el modo contacto, existen dos submodos: altura constante o fuerza

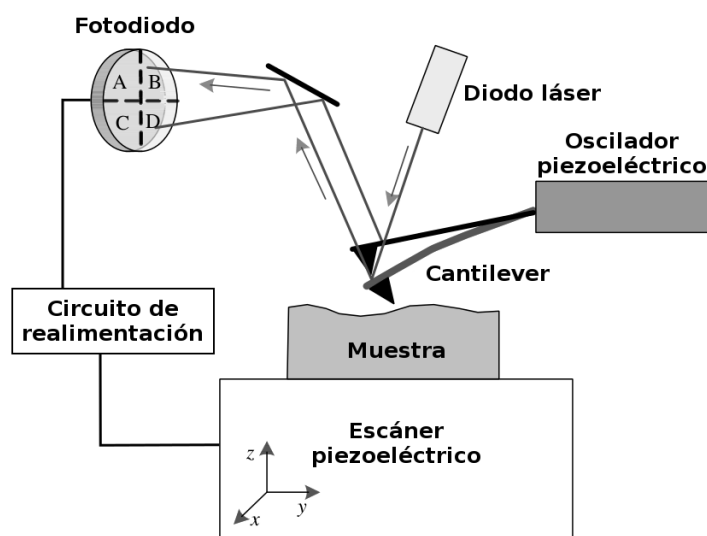


Figura 4.4: Sistema de AFM. Imagen adaptada de [58].

constante. A los fines prácticos, aquí describiremos solo el submodo de altura constante. Este submodo consiste en fijar la distancia entre la base del *cantilever* y la superficie de tal forma que al desplazar la muestra mediante las plataformas piezoeléctricas no se modifique la altura de la base. Por el contrario, el extremo cónico de la sonda copiará la topografía de la muestra por lo que tendremos deflexiones que modificarán la intensidad reflejada sobre el fotodiodo. De esta manera, podemos reconstruir la topografía en cada punto a partir de las variaciones de intensidad producidas en el fotodiodo.

En el modo semi-contacto, el *cantilever* oscila cerca de su frecuencia de resonancia a fin de maximizar el recorrido de la punta. En este modo, la topografía se obtiene a partir de las variaciones de amplitud del movimiento de la punta. Al mismo tiempo, es posible obtener el desfase existente entre la oscilación forzada y la respuesta actual del sistema. Como resultado, el modo nos brindará dos imágenes: una de topografía y una de fase, la cuál nos da información acerca de los cambios en la densidad de la superficie de la muestra que estamos observando.

El control de la aislación mecánica y acústica es fundamental para eliminar el ruido mecánico inducido por el ambiente. Además, algunos equipos operan en cámaras de vacío o de atmósfera controlada.

En este trabajo, las imágenes de AFM permitieron determinar espesores y rugosidades de films depositados por *sputtering* a partir de análisis de topografía. Como indicador de rugosidad utilizamos la RMS. La rugosidad RMS es una medida estadística utilizada en diferentes campos de la ingeniería y la ciencia. Concretamente, esta medida representa la desviación estándar de la distribución de las alturas de la superficie, por lo que es un parámetro importante para describir la rugosidad por métodos estadísticos. Este parámetro es más sensible a desviaciones grandes respecto del valor medio de las alturas que otros estadísticos como la rugosidad promedio [64]. La definición matemática se encuentra en la ecuación 4.1 donde $N \times M$ es la dimensión de la imagen de AFM en *pixels* y z la altura de cada *pixel*.

$$R_{\text{RMS}} = \sqrt{\frac{1}{NM} \sum_{i,j=0}^{N,M} z^2(i,j)} \quad (4.1)$$

Aquí, utilizamos dos equipos de AFM diferentes para realizar nuestros estudios. Por un lado, utilizamos el AFM NT-MDT modelo Solver P47H-Pro de nuestro grupo en CAC-CNEA con la colaboración de Mercedes Linares Moreau. Por otro lado, algunas medidas las realizamos en el AFM Bruker SIS del grupo de Proceso Superficiales del INTI con la colaboración de Lionel Veiga. Además, utilizamos un perfilómetro de contacto KLA Tencor P-16+ del grupo de Micro y Nanofabricación del INL.

4.2. Técnicas de caracterización eléctrica

La caracterización eléctrica de dispositivos de estado sólido se suelen efectuar mediante unidades de medición y alimentación conocidas como SMU (del inglés *Source-Measure Unit*). Este tipo de unidades funcionan como fuentes de corriente o tensión al mismo tiempo que pueden registrar ambas variables. Los equipos de laboratorio suelen estar provistos por una o varias unidades que se conectan por medio de cables coaxiales o triaxiales a las puntas de medición y excitación. Las puntas se posicionan sobre los contactos de los dispositivos mediante micromanipuladores que permiten realizar desplaza-

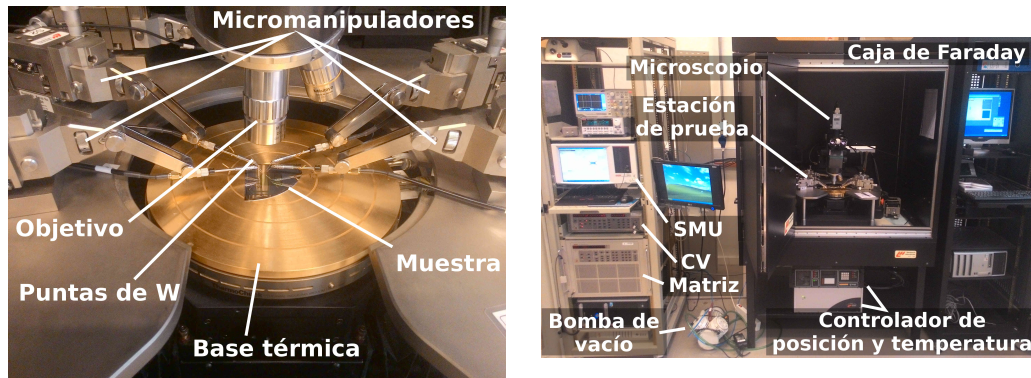


Figura 4.5: Estación de prueba para caracterización eléctrica. Imagen del laboratorio del CMNB-INTI.

miento de los terminales en xyz . Por otro lado, la muestra se sujeta mediante vacío en una base que se puede desplazar también en el plano xy y en z . En la Figura 4.5 se muestra una de las instalaciones utilizadas durante este trabajo de Tesis. Estas instalaciones reciben el nombre de estaciones de prueba. Como puede verse en la Figura, los micromanipuladores se ubican sobre una plataforma firme que permite desacoplar el movimiento de las puntas del movimiento de la muestra. La estación de prueba se ubica dentro de una caja de Faraday sobre un colchón de aire para evitar la inducción electromagnética del medio, la incidencia de luz sobre las muestras y aislar mecánicamente al sistema de las vibraciones del entorno. Un microscopio permite observar la muestra para facilitar el aterrizaje de las puntas sobre los contactos y monitorear la apariencia de la muestra mientras es excitada. Como accesorio, contamos con una base térmica para realizar caracterizaciones en temperatura.

Curvas I - V

La caracterización eléctrica se realizó mediante curvas tensión-corriente (I - V). Básicamente estas curvas se construyen a partir de la medición de la corriente al aplicar voltaje o viceversa. El análisis de estas curvas permite dilucidar el mecanismo de conducción del dispositivo y muchas veces resulta necesario recurrir a mediciones con barridos en temperatura. En el caso de los dispositivos de RS es muy útil calcular la derivada de la respuesta I - V para

comprender cómo evoluciona la resistencia dinámica R_{din} del dispositivo. Sin embargo, el comportamiento de la R_{din} difiere significativamente de la resistencia remanente. La resistencia remanente (R_{rem}) se define como la resistencia que presenta el dispositivo a una tensión (o corriente) baja y se mide luego de haber estimulado el dispositivo. La R_{rem} es el análogo a la resistencia obtenida mediante el voltaje de lectura. Es decir, luego de aplicar el voltaje de escritura, aplicando el voltaje de lectura se determina la R_{rem} . En 2007, Nian *et al.* utilizan por primera vez un protocolo eléctrico que permite obtener la R_{rem} luego de cada pulso aplicado en un dispositivo basado en la perovskita $\text{Pr}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ [65]. De esta forma, es posible confeccionar lo que se conoce como curva de histéresis remanente o HSL por sus siglas en inglés, *Hysteresis Switching Loop*. El protocolo eléctrico y la diferencia entre la resistencia remanente y la dinámica se muestran en la Figura 4.6.

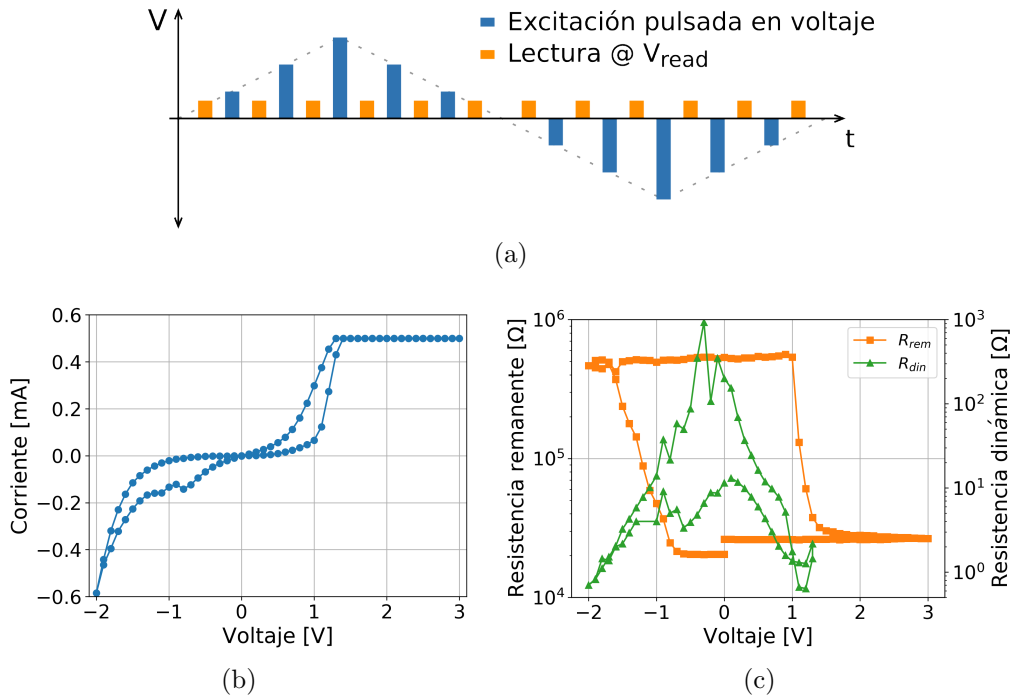


Figura 4.6: Ejemplo de curva I - V y HSL y, en contraste, la resistencia dinámica. Muestra de $\text{Au}/\text{TiO}_2(21 \text{ nm})/\text{Al}$ de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$.

Curvas C - V

Las mediciones C - V son una herramienta más de estudio para dispositivos de estado sólido. Son complementarias a las curvas I - V ya que nos permiten observar variaciones de la capacidad en función del voltaje aplicado. En la Figura 4.7 se ilustra el estímulo aplicado sobre la muestra durante la medición y el circuito experimental de un analizador C - V . Para realizar la medición el equipo aplica una rampa escalonada de tensión DC de incrementos de amplitud A_{bias} . Sobre esa rampa se monta una señal AC de algunas decenas de mV de amplitud y con un período fijo T_{AC} dado por la frecuencia a la que se determina la capacidad. A partir de la medición de la señal de salida y observando la componente en fase y la desfasada en $\pi/2$ (demodulador) es posible determinar la impedancia compleja del dispositivo bajo prueba o DUT (*Device Under Test*).

Para utilizar esta técnica es importante tener un modelo eléctrico equivalente del dispositivo. El analizador calcula la parte real y compleja de la impedancia registrada a partir de una de las dos configuraciones disponibles: RC serie o RC paralelo. Los cálculos detallados de cómo el analizador determina R y C en función de V se hallan en [66]. En este trabajo de Tesis utilizaremos el analizador CV 590 de Keithley.

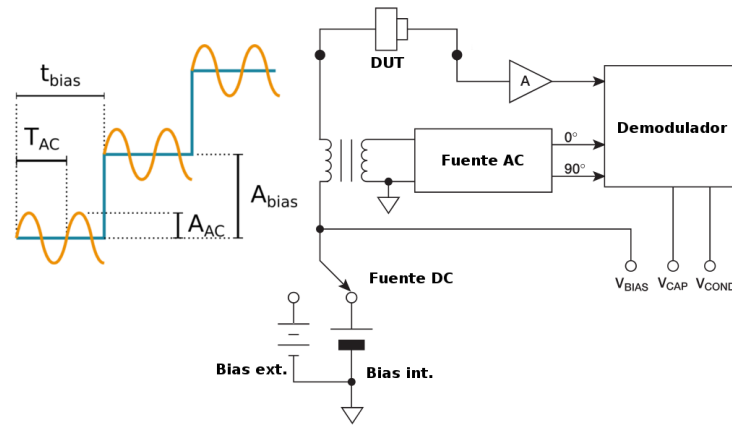


Figura 4.7: Esquema experimental adaptado de un analizador CV Keithley 590 junto al estímulo aplicado. DUT: dispositivo bajo prueba.

Parte I

Conmutación de resistencia en dispositivos basados en TiO_2

Capítulo 5

Dispositivos en arreglos *cross-bar*

En el presente Capítulo se describen los procesos de fabricación de uno de los dispositivos caracterizados en este trabajo. Las muestras son arreglos lineales de 16 dispositivos donde cada unidad de memoria es una estructura MIM con dióxido de titanio como aislante. Este proceso fue llevado a cabo íntegramente en las instalaciones del CMNB-INTI.

5.1. Microfabricación de *cross-bar*

La fabricación de los dispositivos mediante este proceso puede dividirse en tres etapas. Las tres consisten en el crecimiento de capas delgadas por DC *magnetron sputtering*. La primera instancia es la definición del electrodo inferior (BE por sus siglas en inglés). La segunda es el depósito del óxido y, por último, se realiza el depósito del electrodo superior. A continuación describimos los pasos comprendidos en el depósito del primer metal, Au, el óxido, TiO_2 y el segundo metal, Al.

El sustrato utilizado para el proceso es una oblea comercial de Si pulida, de 500 μm de espesor, con 1 μm de SiO_2 crecido térmicamente. El primer paso consiste en la limpieza de la oblea con los ataques húmedos SC1 y SC2

descriptos en la Sección 3.3.1. Luego, lavamos la oblea con acetona, IPA y agua desionizada. Secamos a 120 °C por 10 min en plancha calefactora y dejamos enfriar la oblea. Posterior a esta limpieza, continuamos con una litografía óptica con UV. El proceso se esquematiza en la Figura 5.1. Por medio de *spin-coating* depositamos la fotoresina TI35E de MicroChemicals. Luego, realizamos un precocido a 100 °C por 2 minutos. La muestra ahora se encuentra como en el esquema de la Figura 5.1a. Como se mencionó en la Sección 3.1, durante el precocido no sólo se evapora el solvente sino también gran parte del vapor de agua en volumen se pierde. En consecuencia, la tasa de revelado disminuye y altera la reproducibilidad del proceso de fabricación. Por este motivo, fue fundamental introducir un paso de rehidratación entre el precocido y el siguiente paso (exposición). Para los menores detalles que empleamos en los arreglos *cross-bar* de 2 μm de ancho de pista y el espesor de la resina precocida de $\sim 5 \mu\text{m}$ encontramos que 10 min es suficiente siempre y cuando la humedad relativa sea mayor a 40 %. Para humedades relativas menores hemos obtenido buenos resultados dejando rehidratar la muestra durante 15 min¹.

Luego, realizamos la exposición con máscara de cuarzo a 140 mJ/cm² (Figura 5.1b). Es fundamental dejar reposar 10 min a la fotoresina esperando la difusión de las moléculas de nitrógeno (generadas durante la exposición) del bulk al ambiente. Pasada la instancia de desgasado revelamos por aproximadamente 3 min utilizando el revelador MIC AZ518B de Clariant diluido en H₂O-DI con relación 1:4, respectivamente. Luego de este paso, la muestra posee una capa de fotoresina de 4.5 μm aproximadamente (Figura 5.1c) con un patrón de barras.

Concluida la litografía proseguimos con el depósito del metal por DC *magnetron sputtering* con iones de Ar. Debido a nuestro electrodo inferior es de Au es necesario colocar previamente un film de algunos nanómetros de Cr como *buffer* de adhesión. El blanco de Au de pureza 3N fue fabricado por la empresa local Eurometal mientras que el blanco de Cr tiene pureza 4N²

¹El caso extremo con resultados aceptables fue 20 min de rehidratación a 20 % de humedad relativa.

²4N quiere decir “4 nueves” y equivale al porcentaje del material puro que conforma al blanco, 99.99 % de Cr y 0.01 % de impurezas.

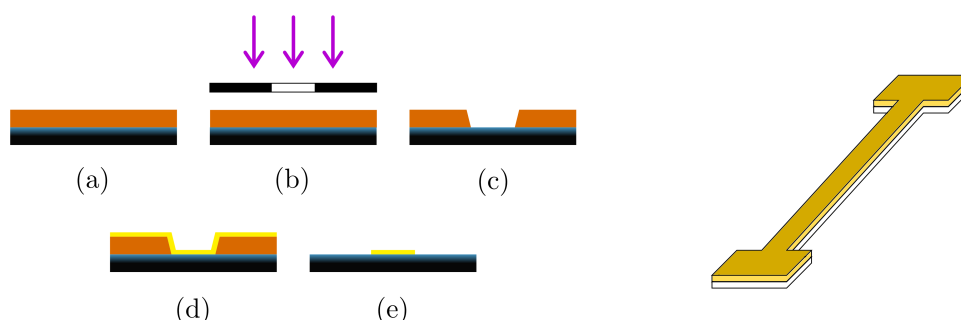


Figura 5.1: Pasos representativos del crecimiento del primer metal, el electrodo inferior. (a) Colocación de fotoresina. (b) Exposición. (c) Revelado. (d) Depósito de los metales. (e) *Lift-off*. A la derecha se muestra un esquema en perspectiva de la geometría del electrodo inferior.

y es del fabricante ESPI. Realizamos el depósito de Cr durante 1 min y de Au durante 2 min a 400 W con un flujo de Ar de 5 sccm y una presión de cámara de 1.5 mTorr a temperatura ambiente. Para mejorar la calidad de los depósitos realizamos una limpieza de los blancos de *sputtering* durante 1 min a 400 W con el obturador de los blancos cerrado para evitar que se deposite material sobre la muestra. Luego, realizamos una limpieza sobre el sustrato durante 2 minutos a 200 W en RF. Potencias de RF más altas durante la limpieza conducen a tasas de ataque físico más elevadas. Si bien en esta etapa nos encontramos con el sustrato, en los siguientes pasos el control de esta limpieza es fundamental para evitar una erosión excesiva y, por ende, una modificación significativa en los espesores depositados.

Una vez terminado el depósito la muestra se encuentra en la situación ilustrada en la Figura 5.1d, por lo que queda realizar el *lift-off* para remover la fotoresina no deseada y con ella el metal excedente. El *lift-off* lo realizamos en un baño de acetona durante al menos 1 h para garantizar la disolución de la fotoresina en regiones de pequeñas áreas. Para mejorar el resultado del procedimiento, al finalizar, aplicamos durante 1 min US en un sonicador.

Una vez finalizada la etapa de fabricación del BE la muestra queda como en el esquema de la derecha de la Figura 5.1. La siguiente instancia consiste en el depósito del óxido de titanio. Nuevamente realizamos una litografía con máscara. Para lograr una buena adhesión de la fotoresina al sustrato (SiO_2 y Au) realizamos una limpieza previa de la muestra con acetona, IPA y agua

desionizada. Luego, secamos la muestra durante 10 min a 120 °C para evitar que queden residuos de solventes.

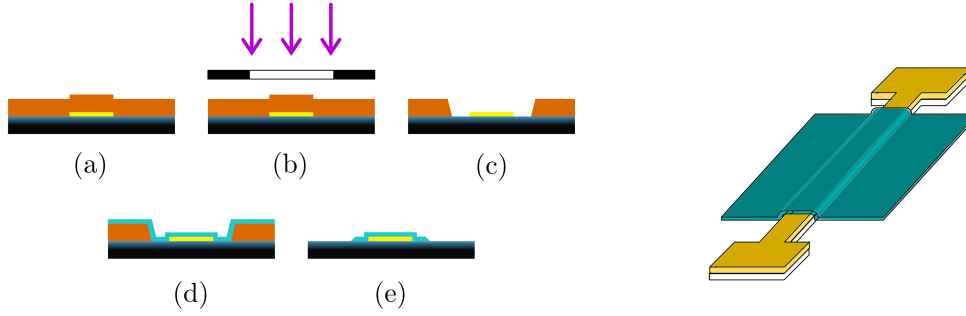


Figura 5.2: Pasos representativos del crecimiento del óxido. (a) Colocación de fotoresina. (b) Exposición. (c) Revelado. (d) Depósito del óxido. (e) *Lift-off*. A la derecha se muestra un esquema en perspectiva de la construcción de la muestra.

Los pasos de esta nueva etapa están representados en la Figura 5.2. Como puede verse, básicamente repetimos el procedimiento de litografía del BE con la diferencia del patrón transferido por la máscara de cuarzo. Aquí, la capa TiO_2 debe extenderse sobre electrodo inferior (Figura 5.2e) y cubrir el área donde irá la barra cruzada del arreglo *cross-bar*. El depósito del óxido se realiza por DC *magnetron sputtering* reactivo partiendo de un blanco de Ti 2N del fabricante local Roberto Cordes bombardeando con iones de Ar y O_2 a una presión de cámara de 11 mTorr a temperatura ambiente. Suministramos un flujo de 18 sccm de O_2 y 54 sccm Ar de tal forma de producir una relación de presiones parciales $p(\text{O}_2) = 0.25p_{\text{tot}}$ y $p(\text{Ar}) = 0.75p_{\text{tot}}$. El depósito se realiza a una potencia igual a 300 W. Antes de depositar el óxido realizamos una limpieza sobre el blanco y la muestra con los mismos parámetros empleados previamente en la etapa del BE.

Por último, colocamos el electrodo superior de aluminio. Una vez más, repetimos el procedimiento de litografía y *lift-off* ubicando el patrón del electrodo perpendicular a la barra del electrodo inferior. El depósito se realiza a temperatura ambiente mediante DC *magnetron sputtering* con iones de Ar a 400 W y 1.4 mTorr partiendo de un blanco de Al suministrado por la empresa BOC Edwards. Luego del *lift-off* finaliza la fabricación y la muestra está lista para ser medida. Nuestro dispositivo queda entonces definido por

la intersección de las dos barras. Un corte transversal del mismo se muestra junto al esquema de la Figura 5.3.

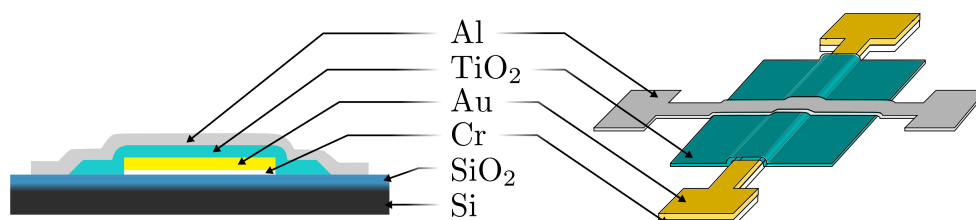


Figura 5.3: Corte transversal de la muestra finalizada sobre la oblea de Si/SiO₂. A la derecha se ilustra en perspectiva un dispositivo del arreglo *cross-bar*.

Hasta aquí hemos ilustrado el proceso de fabricación de un dispositivo, un bit. En realidad, las máscaras de cuarzo empleadas poseen el diseño necesario para construir arreglos lineales de 16 dispositivos. El resultado final de la fabricación con estas máscaras se muestra en la Figura 5.4. Las máscaras fueron fabricadas en Cr sobre cuarzo de 1.55 mm mediante escritura directa por láser en la Universidad Católica de Leuven (KUL), Bélgica. El patrón de barras cruzadas de la máscara permite obtener dispositivos de diferentes áreas a partir de la intersección de barras de 1, 2, 5, 10, 25, 50 y 100 μm de ancho.

5.2. Caracterización topográfica y estructural

Para caracterizar la estructura de la muestra empleamos varias técnicas como FIB-SEM, AFM y XRD. Para comenzar, en la Figura 5.5 podemos apreciar un corte transversal de la muestra adquirido con SEM. El corte fue realizado mediante FIB en la región donde ambas barras se intersecan formando al dispositivo. En la imagen se observan interfaces suaves con los espesores estimados.

Durante el proceso de fabricación se observó que las litografías con fotore-

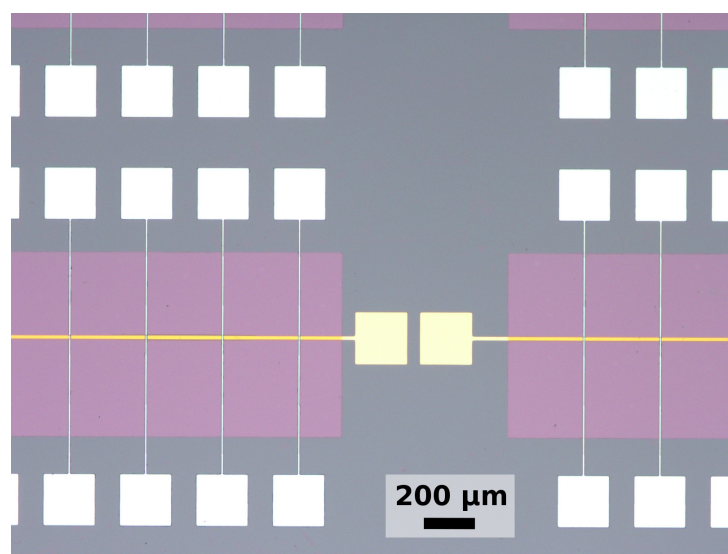


Figura 5.4: Fotografía de un arreglo *cross-bar*. Área de los dispositivos $10 \times 5 \mu\text{m}^2$.

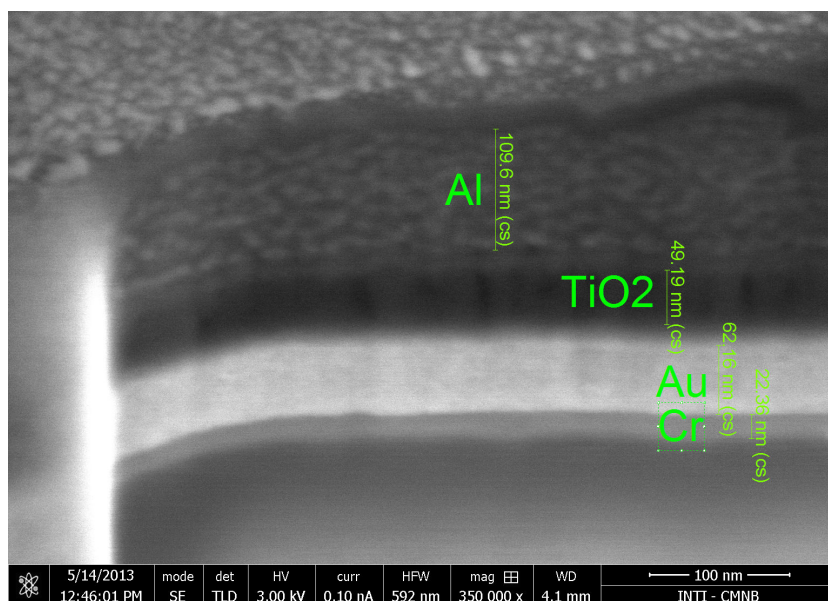


Figura 5.5: Corte transversal de un dispositivo finalizando. Imagen adquirida mediante SEM. Espesores de los films delgados 22/62/50/110 nm (Cr/Au/TiO₂/Al).

sina positiva producen rebabas en los extremos de las geometrías depositadas. En la Figura 5.6 se muestra una imagen adquirida mediante un microscopio óptico donde podemos apreciar los vestigios de material deficientemente removido en los bordes de la barra de Cr/Au. Estos detalles se observan a lo

largo de toda la barra. En la Figura 5.7 se muestran los vestigios de material registrados por AFM.

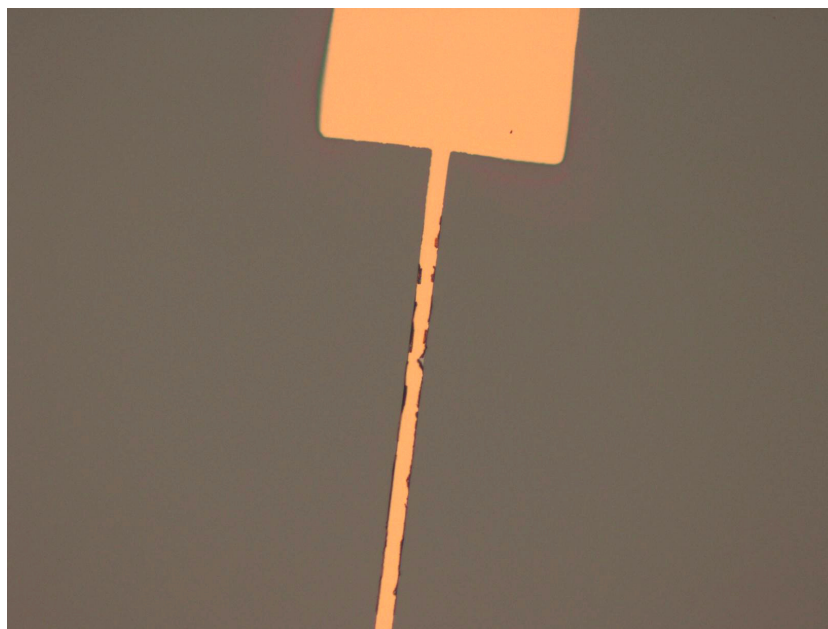


Figura 5.6: Efecto del proceso *lift-off* en el depósito del BE de Cr/Au. Se observan rebabas a lo largo de la barra sobre los bordes. Imagen adquirida con microscopio óptico.

La presencia de esta rebaba genera dos problemas. En primer lugar, ocasiona alteraciones en el campo eléctrico que se aplica sobre el dispositivo. La forma de “cuernos” que presentan estos vestigios hacen que existan espesores no controlados en la intersección de las barras cruzadas. En segundo lugar, impone una limitación sobre el espesor de la película de TiO_2 o de Al. Un análisis de la imagen de AFM de la Figura 5.7 nos permite obtener las alturas de estos residuos a lo largo del BE. Para las rebabas numeradas de la proyección 3D se tomaron los perfiles de altura obteniendo 200, 192, 187, 162 y 75 nm para los puntos 1, 2, 3, 4 y 5, respectivamente.

También observamos las rebabas por SEM. En las imágenes de la Figura 5.8 se muestra la ubicación de la rebaba producida durante el *lift-off* del film del óxido. El recuadro en la imagen (a) indica la región donde se puede apreciar el corte transversal de (b).

Para tratar la presencia de las rebabas, probamos aumentar el tiempo de

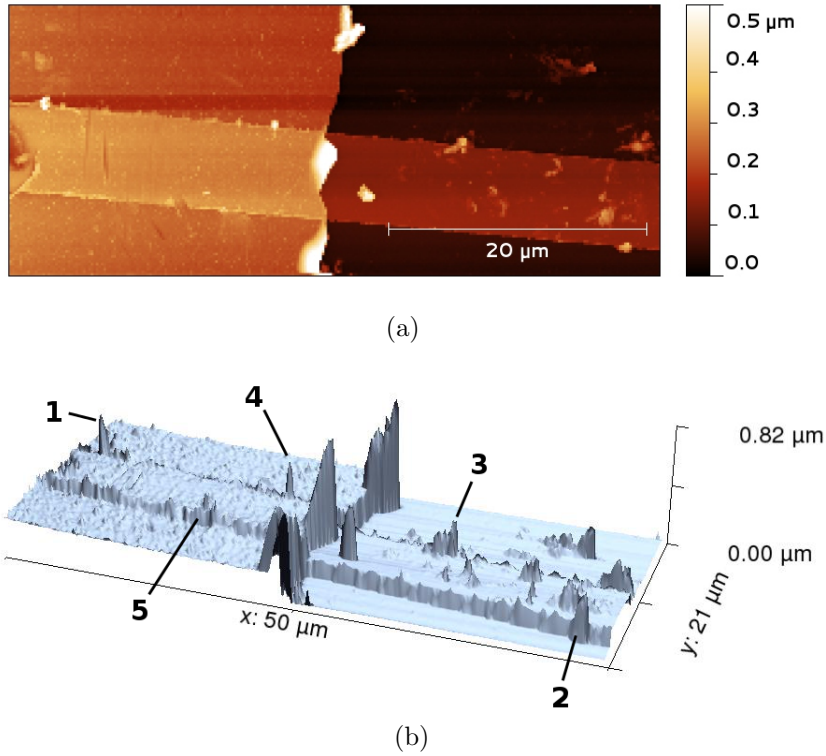


Figura 5.7: Topografía de rebabas en la barra del BE y TiO_2 . (a) Imagen de AFM. (b) Proyección 3D indicando los picos medidos.

lift-off a 12 h o más. Los resultados obtenidos muestran mejoras pero ralentizan significativamente al proceso de fabricación. Otro enfoque que aplicamos consistió en atacar previamente la muestra por tiempos prolongados, mayores a los 2 min de limpieza por *sputtering*. El resultado de este ensayo nos permitió demostrar que esa alternativa es inviable ya que los detalles que queremos eliminar son atacados a una tasa mucho menor que el resto de la muestra expuesta. Una posible solución para esta alternativa es colocar la muestra inclinada respecto del haz incidente de tal forma de reducir la tasa de ataque en la muestra en un factor $\cos(\theta)$ con θ el ángulo de inclinación entre el haz y la normal de la muestra. En el equipo de *sputtering* esta opción no está disponible.

La solución que mitiga el problema de las rebabas de manera exitosa consiste en la utilización de una fotoresina negativa. Si bien la TI35E puede funcionar para ambos modos modificando levemente la receta de la litografía,

es fundamental contar con una máscara de campo oscuro. En esta instancia del trabajo de Tesis, no fue posible reproducir la máscara en modo negativo.

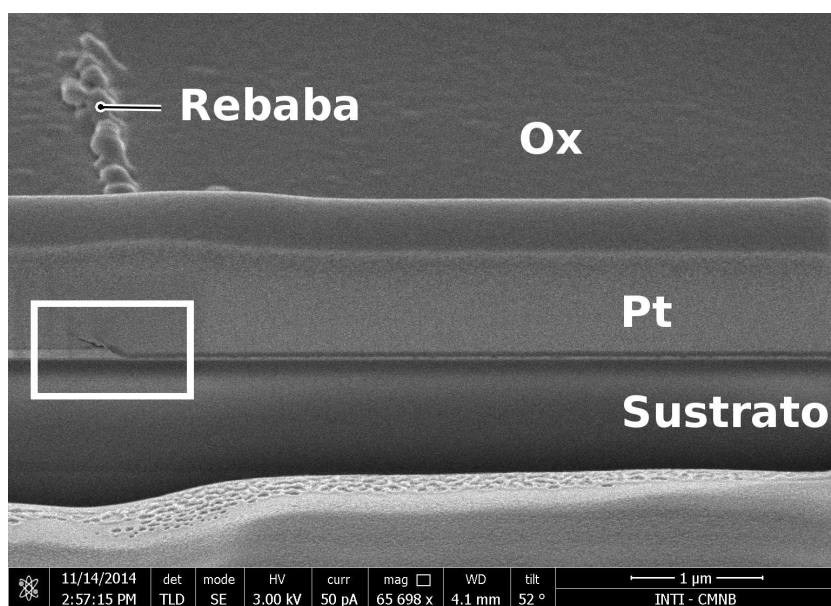
5.2.1. Rugosidades de los materiales depositados

En las tecnologías modernas de fabricación, la ingeniería de las superficies es un factor crítico en el funcionamiento de los dispositivos. Diferentes tratamientos dan lugar a diferentes funcionalidades y cada interfaz cumple un rol principal. Por ejemplo, Blonkowski *et al.* han reportado que la rugosidad afecta a la corriente de fuga (*leakage*) de tal forma que a mayor rugosidad se tiene una mayor corriente fuga [67]. O Lou *et al.* mencionan en su artículo [68] el impacto de la rugosidad en la constante dieléctrica de los óxidos de *gate*.

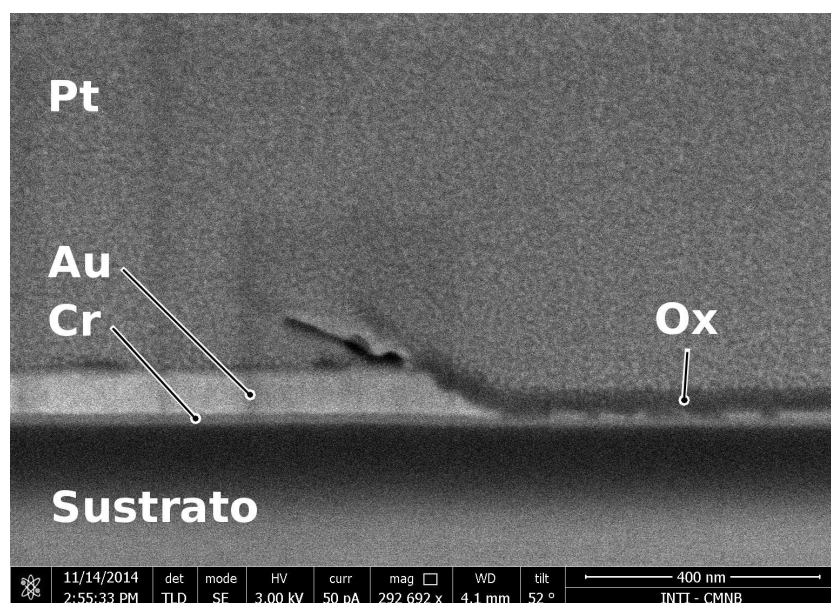
Al mismo tiempo, la rugosidad del film delgado depende de los parámetros de la técnica de fabricación. Uno de los factores influyentes en esto es la tasa de crecimiento del film [69] y para ello es necesario controlar la potencia, la tensión o la corriente. Como se mencionó en la Sección 3.2.1, la diferencia de potencial entre el blanco y la muestra es la que produce un campo eléctrico suficientemente fuerte para arrancar los átomos del blanco. Ese potencial, determina la energía de los iones que a su vez determina la producción de *sputtering*. Luego, a mayor potencia, tensión, o corriente esperamos tener mayor tasa de crecimiento. Sin embargo, potencias elevadas pueden conducir a un aumento de la rugosidad debido al desprendimiento de *clusters* de átomos de gran tamaño del blanco.

Estas observaciones conducen a reducir las rugosidades de las interfaces para mejorar su calidad. En lo que sigue se muestran los resultados de un experimento que nos permitió determinar a qué potencia realizar el depósito del óxido para los dispositivos. En el experimento, se controló la potencia del depósito de forma tal que la tensión y la corriente eran determinados por la descarga autosostenida del plasma generado en la cámara de *sputtering*.

Se estudió la rugosidad RMS para cuatro muestras de dióxido de titanio depositado por DC *magnetron sputtering* reactivo en atmósfera de Ar y O₂



(a)



(b)

Figura 5.8: Efecto del proceso *lift-off* en los bordes de los depósitos. Imagen adquirida mediante FIB-SEM. Rebabas en el film de óxido de titanio. Vista de un corte transversal realizado por FIB. Se observa el platino depositado. (b) Aumento del recuadro en (a).

sobre una oblea de p-Si(100)/SiO₂. El óxido de silicio fue removido mediante HF y lavado con agua desionizada más su posterior secado 10 min a 120 °C.

Tabla 5.1: Rugosidades RMS obtenidas mediante AFM en modo semi-contacto para films de TiO_2 depositados por *sputtering* a diferentes potencias durante 20 min. El error de las variables potencia nominal, tensión y corriente es 2 %. Sp: medido mediante espectroscopía óptica. El error de los espesores determinados por SEM debemos estimarlo en 5 nm y por Sp en 1 nm.

	$\frac{p(\text{O}_2)}{p_{\text{tot}}}$	Potencia [W]	Tensión [V]	Corriente [A]	R_{RMS} [nm]	Espesor [nm]
1	0.25	300	432	0.66	0.53	30 (SEM)
2	0.25	350	461	0.73	0.91	30 (SEM)
3	0.25	400	492	0.78	1.60	30 (SEM)
4	0.35	400	447	0.86	0.39	21 (Sp)

Durante el depósito de los films usamos una presión parcial de oxígeno en cámara de $0.25p_{\text{tot}}$ y una sola muestra se realizó con $0.35p_{\text{tot}}$. Los depósitos se realizaron controlando la potencia del *sputtering* a temperatura ambiente mientras la presión total de la cámara se mantuvo entre 10 y 13 mTorr. En la Tabla 5.1 se muestran los resultados de este estudio apoyando la hipótesis previamente mencionada. Las rugosidades fueron adquiridas en una región de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ con una resolución de $512 \times 512 \text{ px}^2$ utilizando AFM. Las variables del depósito fueron registradas dentro del primer minuto del depósito. El espesor de los films 1 a 3 resultó ser de ~ 30 nm determinado por SEM a partir de cortes transversales realizados mediante FIB. El espesor del film 4 fue determinado mediante espectroscopía óptica con el equipo AvaSpec-2048.

Como puede calcularse de la Tabla, la potencia efectiva $P = IV$ difiere en 14 y 16 W menos respecto de la nominal. Este *bias* se observó durante todos los depósitos realizados a lo largo del trabajo de Tesis. El error de las variables del depósito según el manual del fabricante del equipo es 2 % mientras que, propagando, la potencia efectiva tiene un error del 3 %. Esto nos dice que no existen diferencias significativas entre la potencia calculada y la nominal.

Observando la Tabla, tal como esperábamos, notamos que a mayor potencia obtuvimos mayor rugosidad. Este resultado es consistente con lo anticipado en la Introducción. Al aumentar la potencia, aumentamos indirectamente la tensión y, en consecuencia, aumenta la producción de *sputtering* S por

el extracción de una gran cantidad de átomos individuales o *clusters* más grandes. Por otro lado, nuestros resultados muestran que una presión parcial de oxígeno mayor produce un film de menor espesor y menor rugosidad. Esto se debe a que disminuye la tasa de depósito por la oxidación del blanco de Ti como mencionamos en la Sección 3.2.1 y ha sido reportado por Vancoppenolle *et al.* en [70] con depósitos de TiO_2 por DC *magnetron sputtering* a diferentes $p(\text{O}_2)$.

También adquirimos imágenes de AFM con mayor resolución en una región incluida en los $10 \times 10 \mu\text{m}^2$. En la Figura 5.9 se muestran estas imágenes para una resolución de $512 \times 512 \text{ px}^2$ en un área de $3 \times 3 \mu\text{m}^2$. Puede observarse que a 300 W la superficie no se encuentra estructurada causando una baja rugosidad. Para una potencia de 350 W, el film tiene una apariencia diferente. En la imagen de la Figura 5.9b se puede apreciar un patrón estructural ausente en el film depositado a 300 W. Este patrón está conformado por nanoagujas de $280 \times 8 \text{ nm}^2$ en el plano y 2.0 nm en altura³ lo que da lugar a una rugosidad mayor. Para 400 W ya no es posible observar la nanoestructuras sencillamente. Aquí, las nanoagujas se encuentran cubiertas y coalescidas formando estructuras de mayor tamaño. El patrón estructural relevante está conformado por clusters de nanoagujas. Estos *clusters* poseen dimensiones promedio de $520 \times 170 \text{ nm}^2$ en el plano y 4.4 nm de altura⁴ lo que hace que el film tenga mayor rugosidad. Una observación detallada de la superficie de la muestra por FIB-SEM permite detectar algunas nanoagujas ocultas debajo del film nanoestructurado (Figura 5.10).

De estas observaciones, podemos concluir que las condiciones de depósito, presiones y temperatura, a potencias de 350 W o 400 W para $0.25p_{\text{tot}}$ de $p(\text{O}_2)$ no son las adecuadas para obtener films de dióxido de titanio homogéneos. La nanoestructura que se obtiene con 350 W es una característica que deseamos evitar en nuestras interfaces. Probablemente, este tipo de films sea de utilidad para otras aplicaciones de biotecnología donde buscan maximizar la superficie activa mediante jerarquización de tamaños y nanoestructuras como, por ejemplo, catálisis basada en nanomateriales o electrodos de

³Estas medidas son promedios con dispersiones $\sigma_{\text{largo}} = 48 \text{ nm}$, $\sigma_{\text{ancho}} = 2 \text{ nm}$ y $\sigma_{\text{altura}} = 0.6 \text{ nm}$.

⁴Con dispersiones $\sigma_{\text{largo}} = 100 \text{ nm}$, $\sigma_{\text{ancho}} = 56 \text{ nm}$ y $\sigma_{\text{altura}} = 0.7 \text{ nm}$.

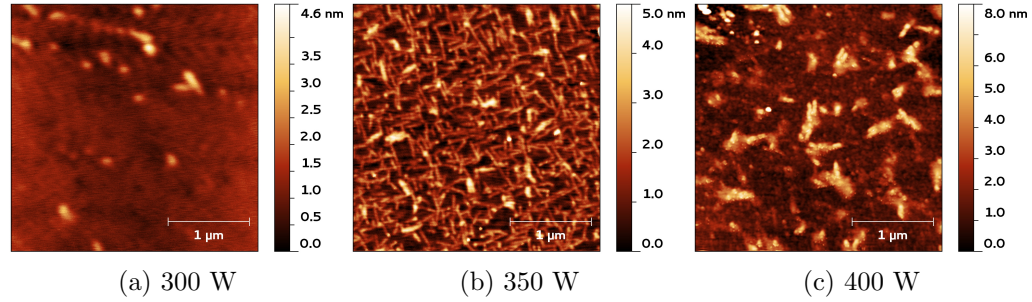


Figura 5.9: Imágenes de topografía adquiridas por AFM para diferentes films de TiO_2 depositados con diferentes potencias durante 20 min. Región de $3 \times 3 \mu\text{m}^2$. Resolución 512×512 . Modo semi-contacto. Las rugosidades se encuentra en la Tabla 5.1.

celdas de combustibles.

Debemos mencionar que estas nanoestructuras no han sido reportadas por otro autores aunque sí se pueden observar objetos similares en las imágenes de SEM y AFM de los trabajos [71, 72]. En nuestro caso, no hemos observado estas nanoagujas en otras muestras debido a que adoptamos 300 W como potencia para fabricar las muestras.

Por último, observamos las rugosidades de los depósitos de las capas depositadas para la muestra *cross-bar* sobre sustratos de Si/SiO_2 . En la Tabla 5.2 se muestran los valores registrados para áreas de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ con una resolución de $172 \times 172 \text{ px}^2$ adquiridos por AFM. Debemos tener en cuenta que las mediciones fueron realizadas sobre una muestra *cross-bar* terminada por lo que ya ha atravesado varios procesos de litografía que dejan residuos en las superficies [73]. Además, las condiciones en las que se realizaron las mediciones son levemente diferentes que el experimento anterior, por ejemplo, la punta de AFM utilizada no fue la misma y tampoco utilizamos la misma resolución⁵. Por este motivo, es esperable que la rugosidad del óxido resulte mayor que lo reportado en la Tabla 5.1. Como consecuencia, es conveniente observar las rugosidades relativas entre los films de la misma Tabla. Compa-

⁵Alguien podría argumentar que la resolución empleada sólo cambia la cantidad de puntos para calcular la rugosidad (Ecuación 4.1) en un factor 10 y que para una cantidad de *pixels* mayor a 20 ya no debería haber diferencia entre las R_{RMS} calculadas. Debemos entonces aclarar que el área, la velocidad de barrido y la resolución son tres parámetros relacionados que deben considerarse a la hora de analizar una imagen de AFM estadísticamente.

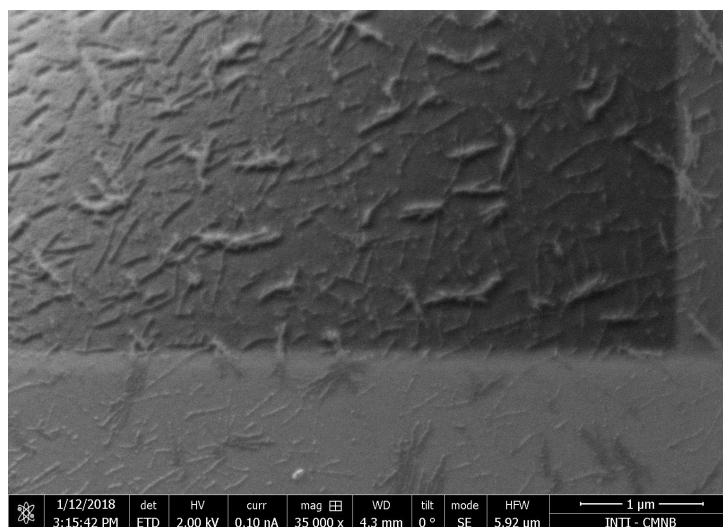


Figura 5.10: Imagen de SEM de un film de TiO_2 depositado por *magnetron sputtering* a 400 W durante 20 min. Misma muestra que en la Figura 5.9c. La región más oscura fue erosionada mediante iones de Ga (FIB) para descubrir las nanoagujas individuales.

Tabla 5.2: Rugosidades RMS y espesores para los materiales de los electrodos. Films depositados sobre una oblea de Si/SiO_2 .

Film delgado	Rugosidad RMS [nm]
Cr/Au	1.11
TiO_2	1.27
Al	4.83

rando entre sí los valores podemos inferir que las variables del depósito por *sputtering* del BE y el óxido producen films de baja rugosidad que favorecen la calidad de la interfaz del BE.

5.2.2. Difracción de rayos X

Las características estructurales del óxido de titanio que se obtiene por *sputtering* varían según los parámetros de fabricación y el tipo de técnica empleada. Entre las técnicas que se hallan en la bibliografía encontramos *ion beam sputtering*, DC/RF *magnetron sputtering* ya sea en su versión reactiva partiendo de un blanco de titanio, o bien en atmósfera inerte partiendo de un blanco de óxido de titanio. Löbl *et al.* muestran en [71] que depósitos

reactivos por evaporación por haz de electrones y por diferentes técnicas de *sputtering* por debajo de los 300 °C producen dióxido de titanio amorfo. Otros autores como Zhang [72] muestran resultados similares.

Por otro lado, en [74], Zeman *et al.* relatan que métodos como *sputtering* por haz de iones producen tanto films amorfos como cristalinos por debajo de los 200 °C. Estos resultados son consistentes con otros trabajos como [75, 76]. No obstante, el trabajo realizado por Zeman es detallado. Las muestras fabricadas en su trabajo evidencian que la presión parcial de oxígeno juega un rol importante a la hora de determinar la estructura cristalina del film. En la Figura 5.11 reproducimos los patrones de difracción de rayos X reportados en [74]. Para presiones totales elevadas, del orden de 1 Pa (7.5 mTorr), presiones parciales de O₂ mayores al 50 % producen films de anatasa. Sin embargo, si la presión total es reducida a 0.18 Pa (1.3 mTorr), presiones parciales mayores a 50 % generan films de rutilo. En general, para presiones parciales bajas, menores al 20 % de la presión total los films no presentan una estructura cristalina bien marcada y en los espectros de XRD puede observarse una señal de fondo proveniente de una estructura amorfa.

También, Suhail *et al.* investigaron el impacto de la presión parcial de oxígeno en films delgados fabricados con DC *magnetron sputtering* [77]. Como resultado obtienen que para una presión total de 30 mTorr y una presión parcial de oxígeno de 2 mTorr ($p(\text{O}_2) = 0.07p_{\text{tot}}$), a temperatura ambiente, las películas de TiO₂ resultan amorfas. Luego, mediante un proceso de recocido a 300 °C o más, los films comienzan a manifestar una estructura cristalina. Al mismo tiempo, muestran que presiones parciales de oxígeno mayores a 2 mTorr condicionan la tasa de depósito debido a la oxidación del blanco de titanio.

En otro trabajo, Asanuma *et al.* estudiaron films delgados de dióxido de titanio depositados por RF *magnetron sputtering* reactivo partiendo de un plasma únicamente de oxígeno. En su artículo [78], a partir de un análisis de XRD concluyen que pequeñas variaciones en la presión total producen cambios drásticos en las fases que presenta la estructura pero sólo en un rango acotado de presiones entre 1.3 Pa (10 mTorr) y 9.3 Pa (70 mTorr). Fuera de ese rango, Asanuma y colaboradores obtuvieron films amorfos con

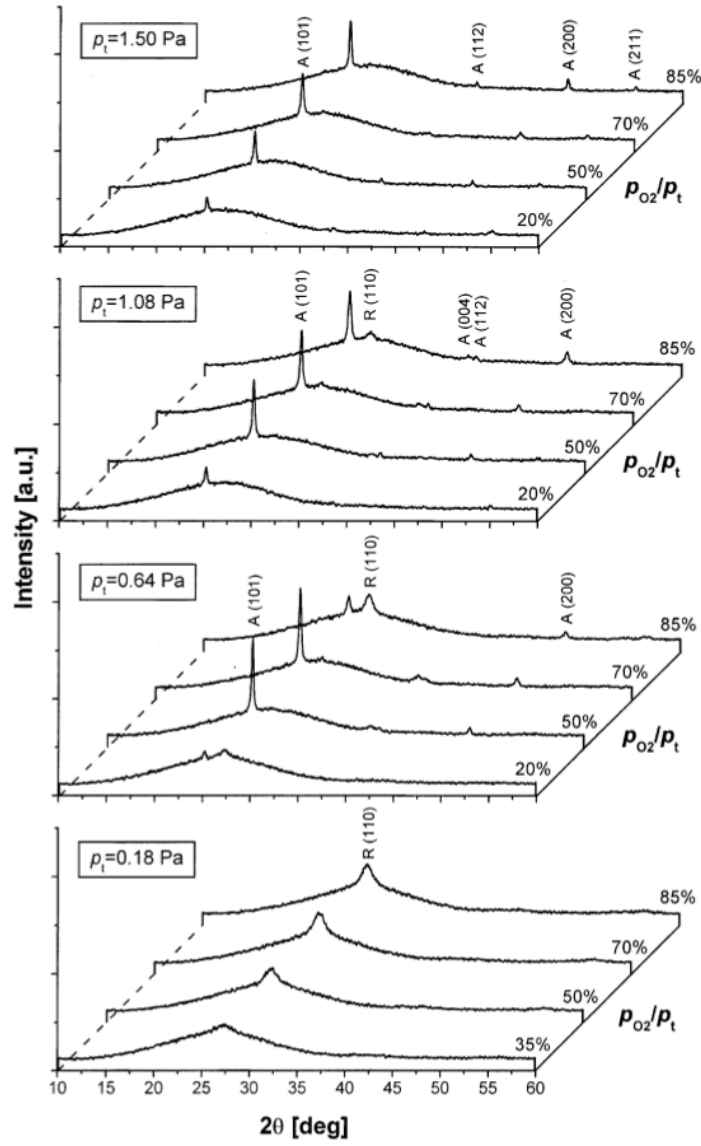


Figura 5.11: Patrones de difracción de rayos X de films delgados de dióxido de titanio fabricados por *sputtering* reactivo con diferentes presiones total (p_t) y parciales de oxígeno. 0.18 Pa = 1.3 mTorr. 1.5 Pa = 11.5 mTorr. Reproducido de [74].

tamaños de grano pequeños.

Todos los resultados reportados en los trabajos citados concuerdan con lo estudiado previamente por nuestro grupo. Ghenzi en su Tesis doctoral [14] realizó mediciones de rayos X de los films delgados depositados en las

mismas condiciones que nosotros (condiciones reportadas en la Sección 5.1). Los difractogramas obtenidos no muestran ningún pico para el rango de 10° - 100° de 2θ . En conclusión, la ausencia de una estructura cristalina confirma que el depósito de TiO_2 es amorfo.

5.3. Caracterización eléctrica

La caracterización de las muestras se realizó a través de curvas I - V pulsadas o continuas empleando las SMUs de un Keithley 4200 o 2602B a dos terminales en estaciones de prueba. Aplicamos estímulos forzando corriente o forzando tensión (según sea informado) mientras registramos ambas variables, i.e. la corriente inyectada y la tensión aplicada. Esto último es importante para conocer la caída de potencial sobre el sistema (incluyendo resistencias de contacto y las propias de los cables) ya que no necesariamente la tensión configurada es la aplicada, por ejemplo, cuando la SMU entra en el régimen de complianza⁶. La configuración experimental se ilustra en la Figura 5.12.

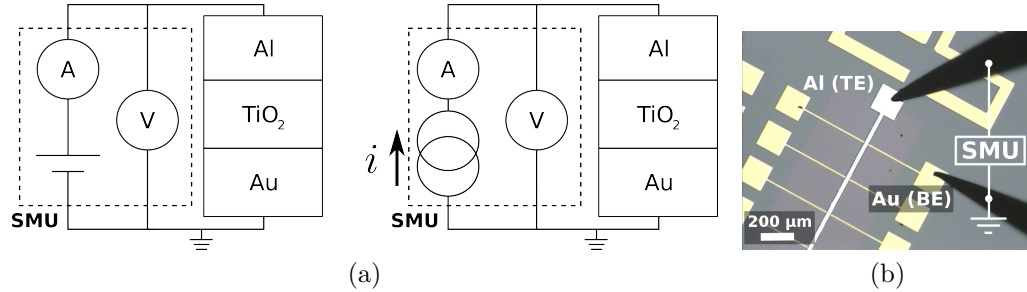


Figura 5.12: Configuración experimental para caracterización eléctrica controlando tensión o corriente sobre muestras *cross-bar*.

5.3.1. Electroformado

Para ilustrar el comportamiento de nuestros dispositivos, en la Figura 5.13 mostramos la “historia” eléctrica de una junta de 21 nm de espesor

⁶Límite de corriente.

de óxido y área $10 \times 10 \mu\text{m}^2$. El dispositivo recién fabricado presenta una resistencia muy elevada. Para que exhiba una conmutación bien marcada es preciso realizar un proceso de electroformado (Figura 5.13a). Para ello, el estímulo entregado es en tensión negativa. Ha sido demostrado que la aplicación de tensiones positivas conduce a una alta tasa de dispositivos fallados o inestables [79]. Configuramos una corriente de complianza de $5 \mu\text{A}$, esto es, se limita la corriente máxima que puede circular por el dispositivo para evitar la destrucción del mismo por un exceso de corriente al disminuir su resistencia. Como puede apreciarse, la curva presenta una transición abrupta a los -8 V y otra transición aún más abrupta a los -9 V que lo lleva a un estado tal que se alcanza la corriente de complianza.

La dinámica microscópica del electroformado se muestra en la Figura 5.13b y ha sido estudiada por Ghenzi previamente [80]. Durante el electroformado, las vacancias de oxígeno del TiO_2 amorfo son desplazadas por los elevados campos eléctricos existentes en la multicapa, i.e. $E \sim 0.5 \text{ V/nm}$. Las OV poseen una carga positiva debido al desbalance de carga que se produce al remover un oxígeno del TiO_2 , estequiométrico. En cuanto alguna vacancia se aproxima a la interfaz del TE define un sitio preferencial para la acumulación de una mayor cantidad de vacancias ya que reduce la conducción del óxido localmente (dopante). A medida que aumentamos la tensión (en valor absoluto), se acumulan más OV en la interfaz superior y se generan filamentos conductores que crecen hacia el BE. Al mismo tiempo, el campo eléctrico produce el desplazamiento de los iones de oxígeno (OI) en torno al filamento. Esto hace que el oxígeno sea desplazado hacia el *bulk* del óxido y hacia la interfaz con el BE. En resumen, en el electroformado se forma un filamento con aspecto de cono que se extiende a lo largo del óxido prácticamente contactando ambos electrodos. La conductividad de esta fase en paralelo con el resto de la celda es mayor haciendo que la resistencia de todo el dispositivo se reduzca respecto de la inicial.

Es importante destacar que el modelo descripto no solo contempla la acumulación de iones de oxígeno en la interfaz sino que también pueden penetrar a través de una oxidación [81]. En nuestro caso, dado que el oro no se oxida la acumulación de iones de oxígeno conduce a la generación de O_2

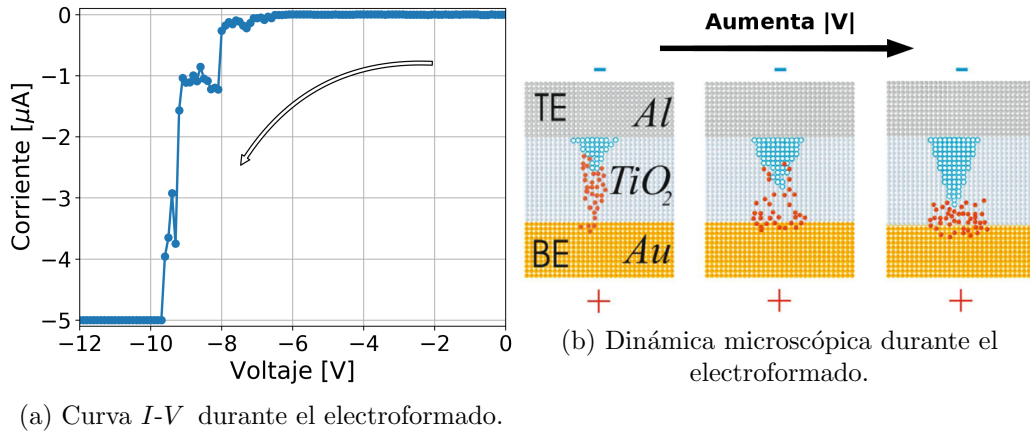


Figura 5.13: Proceso de electroformado de un dispositivo Au/TiO₂(21 nm)/Al de 10×10 μm² de área. Inicialmente el dispositivo se encuentra en alta resistencia y a medida que se incrementa la tensión (en valor absoluto) se acumulan más OV en la interfaz superior. OV: círculos abiertos azules. OI: círculos sólidos rojos. Imagen reproducida de la referencia [80].

gaseoso según la siguiente ecuación:



donde hemos usado la notación Kröger y Vink, y O_O y V_O^{••} representan los iones y las vacancias de oxígeno respectivamente. Este fenómeno de generación de O₂(g) fue observado por Yang *et al.* en Pt/TiO₂/Pt [82], por Huang *et al.* Ti/TiO₂/Pt [83], y por Szot *et al.* en Au/SrTiO₃/Pt [84]. Todos dispositivos donde la interfaz activa está formada por un metal noble.

En nuestros dispositivos de Au/TiO₂/Al fue posible observar el oxígeno gaseoso generado durante el electroformado mediante un microscopio óptico. En la Figura 5.14 se pueden apreciar las burbujas generadas dentro de la capa delgada de TiO₂. Más aún, pudimos registrar la liberación en tiempo real durante el proceso de electroformado de un dispositivo de 108 nm de espesor de TiO₂. En el siguiente *link* se puede ver/descargar el video donde se observan mediante el microscopio óptico las burbujas generadas: <https://goo.gl/m6WJcD>. En el video es posible observar la generación de burbujas debajo de la intersección de las barras y su posterior traslación a lo largo la barra del Au. Esto es posible gracias a que quedan atrapadas entre el propio

film de dióxido de titanio y el electrodo de Au debido a la baja adhesión que presentan estas dos capas (para detalles de fabricación ver el Apéndice B).

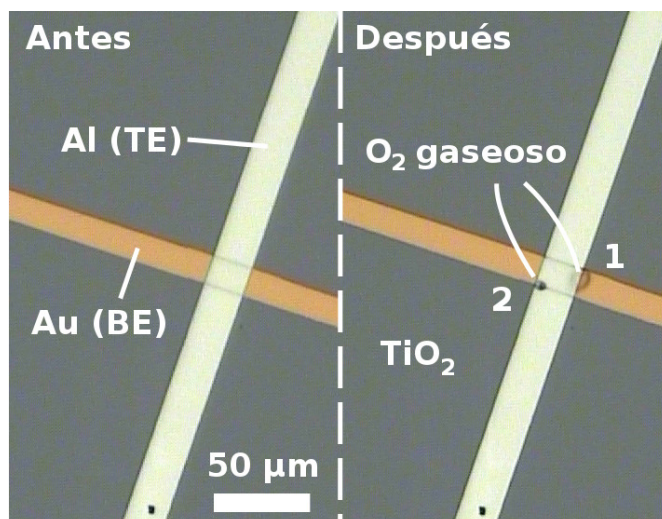


Figura 5.14: Liberación de oxígeno durante el electroformado. Comparación de la apariencia anterior y posterior al proceso. Espesor del film de TiO_2 : 108 nm. En la posición 1 el $\text{O}_2(\text{g})$ se acumula debajo de las películas de TiO_2 y Al mientras que en la posición 2 se produjo la ruptura del film.

La generación de oxígeno gaseoso durante el electroformado (o durante la posterior conmutación) puede conducir a un daño permanente del dispositivo. Como se puede apreciar en el sitio 2 de la Figura 5.14. La acumulación del $\text{O}_2(\text{g})$ generado produjo un exceso de tensión mecánica de tal forma que venció al film del TE. Este efecto es causado por el gran volumen de oxígeno disponible. La intersección de barras de decenas de micrones da lugar a un reservorio $\sim 10^4$ veces mayor que juntas nanométricas de $50 \times 50 \text{ nm}^2$ donde la generación de oxígeno no es observada [82].

También, hemos observado que las burbujas aparecen en los bordes del dispositivos. Esto puede observarse en las imágenes de la Figura 5.15 y en el video <https://goo.gl/fMu4ur>. Esta observación está asociada a dos efectos, por un lado a la arquitectura que presentan los dispositivos. Por un lado, las burbujas de oxígeno experimentan menos presión más allá del TE debido a la tensión que genera la barra de aluminio. En consecuencia, las burbujas viajan a los extremos del dispositivo. En segundo lugar, en el perímetro del dispositivo los campos eléctricos son más intensos por efecto de borde.

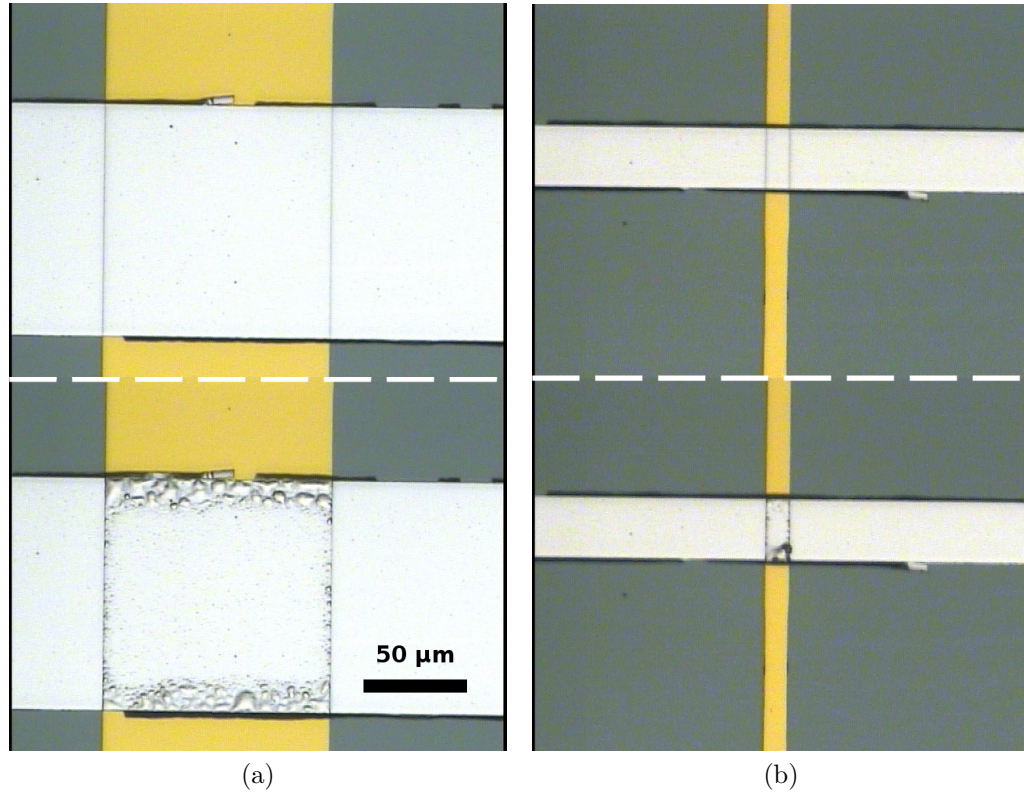


Figura 5.15: Imágenes de la generación de oxígeno en los bordes del dispositivo durante el electroformado. Se compara la apariencia anterior y posterior al proceso. Dos dispositivos de TiO_2 de 40 nm de espesor de áreas diferentes después de electroformar. Misma escala para ambas imágenes. Video del dispositivo en (a): <https://goo.gl/fMu4ur>.

Además, la presencia de rebabas en los bordes de las barras hace que la intensificación del campo sea aún mayor.

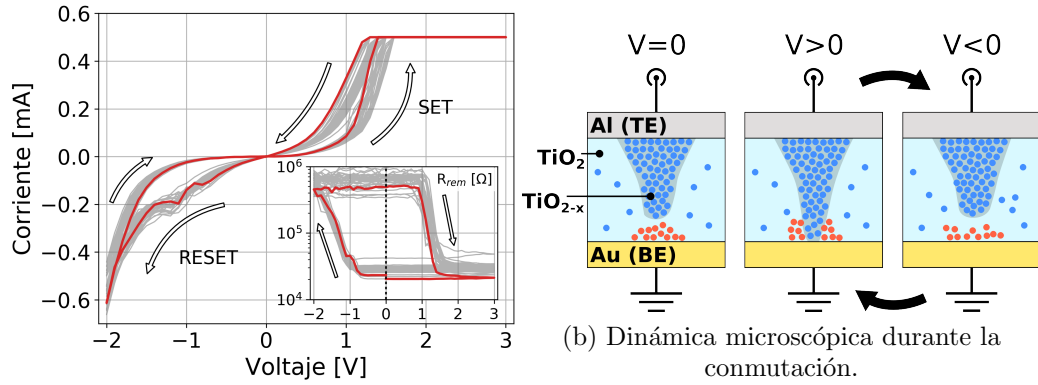
5.3.2. Conmutación de resistencia

Luego del proceso de inicialización, el dispositivo exhibe la conmutación bipolar estable entre dos estados como se observa en la Figura 5.16a. El estímulo aplicado para la conmutación es controlando tensión según $0 \text{ V} \rightarrow 3 \text{ V} \rightarrow 0 \text{ V} \rightarrow -2 \text{ V} \rightarrow 0 \text{ V}$. El estímulo pulsado según lo descrito en la Sección 4.2 permitió registrar la curva HSL a 100 mV de tensión de lectura durante los 33 ciclos que se muestran en el inset. Durante los sucesivos ciclos el dispositivo conmuta entre un estado $\text{HR} \sim 600 \text{ k}\Omega$ y un estado $\text{LR} \sim 20$

k Ω . La dinámica del mecanismo de conmutación se ilustra en la Figura 5.16b. Durante la excursión positiva ocurre la transición del estado HR al LR, i.e. SET. Allí, inicialmente la tensión aplicada produce un campo eléctrico en la matriz del óxido que resulta más intenso en la interfaz con el BE donde se encuentra el oxígeno acumulado debido a que la región del subóxido (dopado por OV) posee una conductividad mayor. En consecuencia, el campo eléctrico disminuye significativamente en esta región, lo que lleva a una disminución del movimiento de las OV [6]. Luego, al incrementar la tensión, una fracción de los iones de oxígeno son desplazados de la interfaz a la vez que las vacancias son atraídas hacia el BE. Esto produce una disminución de la resistencia del dispositivo a aproximadamente 1 V como puede apreciarse en la HSL. La corriente de complianza de 0.5 mA evita que el filamento de vacancias crezca aún más salvando al dispositivo de un cortocircuito. Al invertir la polaridad del estímulo ocurre el RESET. La transición del estado LR al HR sucede aproximadamente al acercarnos a -1 V. En este punto, la HSL manifiesta el cambio de resistencia gradual que se produce en el dispositivo. Por otro lado, la curva I - V exhibe un cambio en su derivada. La resistencia dinámica evaluada a -1.25 V se hace positiva producto de la dinámica microscópica del filamento. La excursión negativa revierte el cambio producido durante la excursión positiva. Las OV que se encuentran en la cercanía de la interfaz del BE serán ahora apartadas hacia el *bulk* del óxido mientras que los iones de oxígeno son desplazados hacia la interfaz.

5.3.3. Mecanismos de conducción en HRS y LRS

El modelo de la dinámica microscópica sugiere que la interfaz Au/TiO₂ del BE es la que presenta el efecto de RS bipolar, sin participación de la interfaz TE. De hecho, el modelo propone que el filamento de TiO_{2-x} posee mayor abundancia de OV en la juntura TiO₂/Al que en la del BE y, como resultado, la interfaz del TE es óhmica, de baja resistencia de contacto [80]. Esto es posible comprobarlo a partir del estudio de la curva corriente-tensión y el análisis gráfico mediante el calculo del exponente definido como $\gamma = \frac{d(\ln(I))}{d(\ln(V))}$ [85].



(a) Curvas I - V después el electroformado.

Figura 5.16: Comportamiento característico de un dispositivo Au/ TiO_2 (21 nm)/Al de $10 \times 10 \mu m^2$ de área durante la conmutación. (a) 33 ciclos de conmutación luego del electroformado del mismo dispositivo que la Figura 5.13a. Resaltamos la primera curva I - V (roja) por sobre las siguientes (grises). Inset: HSL a 100 mV. (b) Esquema del movimiento de iones de oxígeno y OV durante la conmutación. OV: círculos abiertos azules. OI: círculos sólidos rojos.

Examinando la curva I - V del memristor podemos descifrar los mecanismos de conducción que presenta el dispositivo a tensiones por debajo de la región de SET y RESET. En la Figura 5.17a se muestra la curva I - V de un dispositivo de 108 nm de espesor de TiO_2 y área $20 \times 25 \mu m^2$. Los datos fueron registrados aplicando una rampa continua de tensión de 10 mV de incremento con una corriente de complianza de 1 mA para tensiones positivas. La curva se muestra de diferentes colores para identificar las regiones donde predominan los diferentes mecanismos de cada estado. La curva punteada corresponde a la dinámica estricta de la conmutación.

Observando el cambio de resistencia podemos apreciar que la transición SET ocurre en el primer cuadrante en torno a 1 V y 200 μA . Luego, en el tercer cuadrante, encontramos el RESET a -1 V a una corriente de casi 1 mA. Podemos identificar, entonces, que en el estado HR el dispositivo tiene un comportamiento rectificante presentando una curva similar a la de un diodo. Existe en la bibliografía suficiente evidencia para afirmar que la juntura Au/ TiO_2 se comporta como un diodo Schottky. Como ya mencionamos, las OV actúan como dopantes en el TiO_2 , particularmente como donores [86, 87, 88], otorgándole al óxido el carácter de semiconductor tipo n. Debido

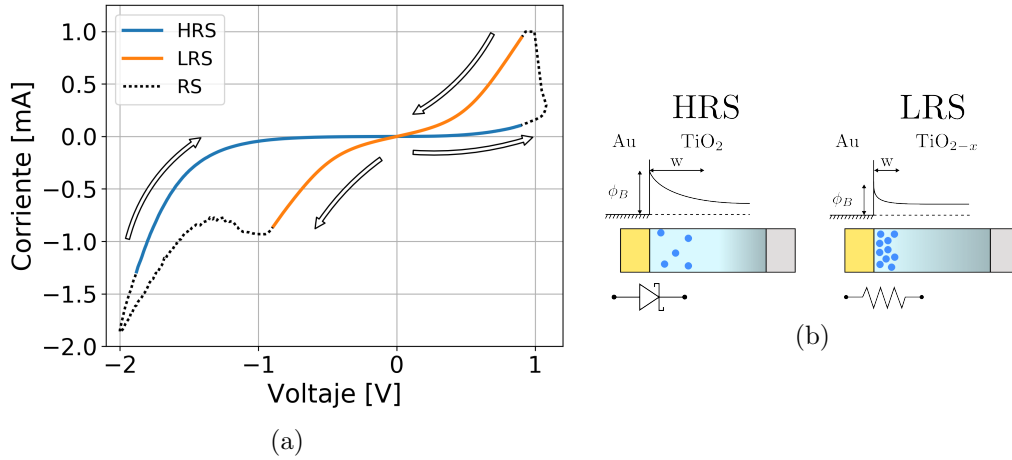


Figura 5.17: Identificación de mecanismos de conducción en Au/TiO₂(108 nm)/Al para una muestra de 20×25 μm^2 . (a) Curva I - V con los estados y la conmutación identificados (curvas sólidas y punteada, respectivamente). (b) Mecanismo de colapso de la barrera Schottky.

a la función trabajo del Au (5.1 eV [89]) y la afinidad electrónica del TiO₂ se forma una barrera Schottky de altura ϕ_B con valores entre 0.87 y 0.94 eV [90, 91, 89]. Considerando siempre a tierra el electrodo inferior (Au), el diodo es operado en directa para tensiones negativas y en reversa para tensiones positivas (Figura 5.17b). Esto se aprecia en la curva I - V , donde para tensiones negativas observamos el carácter rectificante

Luego de la conmutación, en el estado LR, el marcado comportamiento rectificante desaparece debido al colapso de la barrera Schottky por la abundancia de OV en la interfaz del BE. Esto es ilustrado en la Figura 5.17b. El colapso de la barrera fue reportado en diferentes trabajos por Yang [92] y Zhong [89] sobre la conmutación de sistemas de Pt/TiO₂/Pt y ha sido demostrado por cálculos de primeros principios [93]. Es importante notar que el colapso no implica la inhibición completa del mecanismo sino que depende de cuánto haya sido modificada la densidad de vacancias localmente. Por ejemplo, Marri *et al.* en [94] reportan simulaciones numéricas utilizando la Teoría Funcional de la Densidad (DFT) donde la altura de la barrera en Au/TiO₂ varía de 0.87 eV para TiO₂ estequiométrico a 0.15 eV para TiO₂ con alta concentración de vacancias. Es decir, aunque mencionemos el colapso de la barrera no podemos aseverar la pérdida de ese mecanismo aún cuando se

observa un comportamiento no-lineal en la I - V . Esto nos permite plantear un modelo de conducción paralela [95] donde la conducción se da a través un conjunto de nanofilamentos de OV y no uno solo. Así, la conmutación forzará el colapso de la barrera del nanofilamento predominante (mayor tamaño, por ejemplo) dejando que una fracción del conjunto pueda rectificar la señal levemente.

Para dilucidar el mecanismo en el LRS recurrimos al análisis gráfico del exponente γ . Esencialmente, el análisis nos permite estimar qué mecanismos predominan en el dispositivo. El cálculo de γ como $\frac{d(\ln(I))}{d(\ln(V))}$ está inspirado en la reducción matemática de los mecanismos de conducción presentados en la Tabla 2.1 a una ley de potencias de la forma $\gamma = s + \text{cte} \cdot rV^r$ con s y r dos números determinados por el mecanismo en cuestión. En el artículo [85], Acha presenta el cálculo de exponentes γ para los mecanismos puros y analiza los exponentes de diferentes sistemas a partir de circuitos eléctricos equivalentes. En la Figura 5.18a se muestran los exponentes de los casos puros para comparar con el γ obtenido de nuestro dispositivo. Debido a la sensibilidad que presenta el exponente γ a baja corriente decidimos emplear la totalidad de los ciclos de conmutación disponibles para el cálculo de γ y obtener el promedio de todas las curvas⁷ (curvas negras con borde blanco). En la Figura 5.18b mostramos el exponente para las cuatro curvas que caracterizan al dispositivo: excursión positiva de HRS y LRS, y excursión negativa del LRS y HRS.

Comenzando con la descripción del LRS, observamos que el γ de ambas excursiones III y IV coinciden en promedio entre sí. La hipótesis del modelo de conducción paralela nos permite justificar la tendencia de los puntos por debajo de $0.2 V^{1/2}$ que parecen provenir del origen para la curva IV ($V < 0$): el mecanismo de conducción a bajas tensiones presenta una componente Schottky con una barrera colapsada sumado a un comportamiento óhmico. Luego, ya para valores mayores a $0.2 V^{1/2}$, γ se acerca a 1 indicando que predomina un mecanismo óhmico y que efectivamente estamos en presencia del colapso de la barrera Schottky (ver caso puro). Esto último sucede tanto

⁷Para comprobar la repetibilidad de las curvas utilizadas en este análisis podemos apreciar la Figura 5.19a donde mostramos los 160 ciclos en escala semi-log.

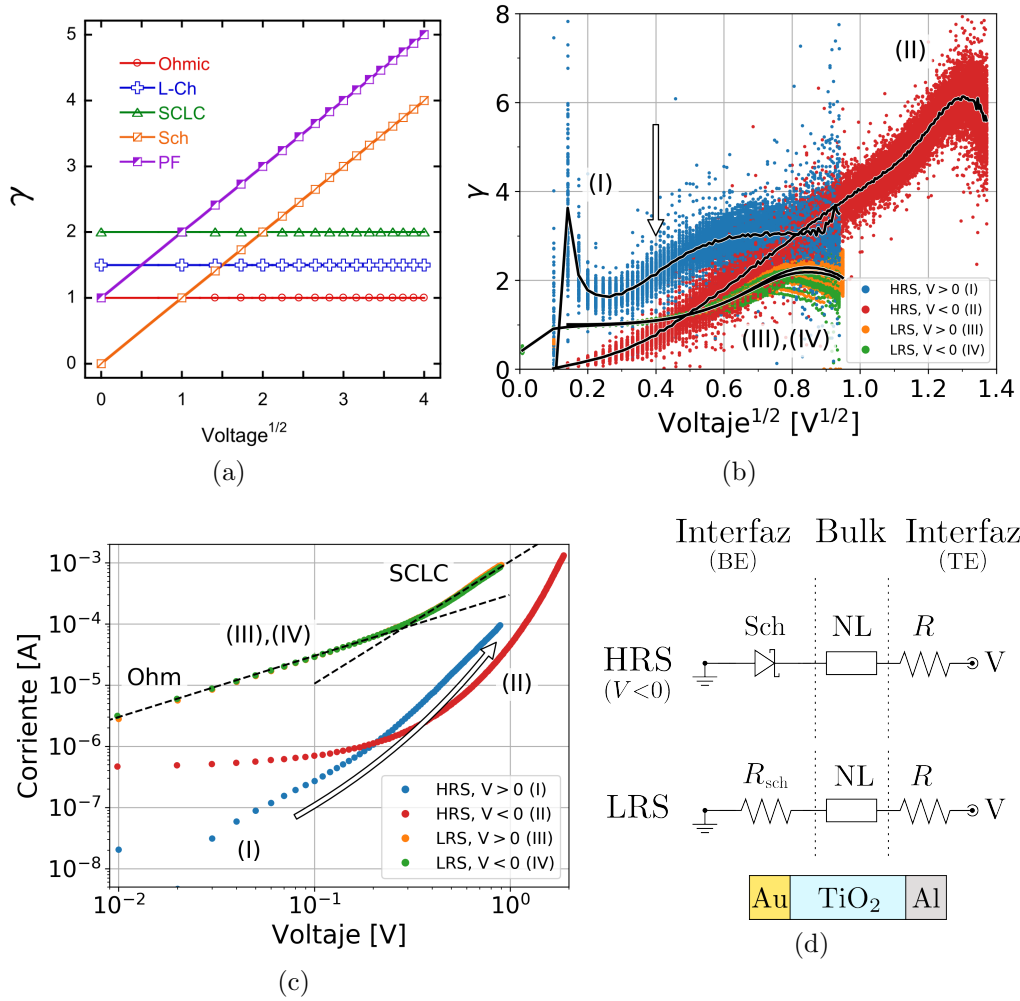


Figura 5.18: (a) Exponente γ para mecanismos de conducción puros, óhmico, Langmuir-Child (L-Ch), Poole-Frenkel (PF), Schottky (Sch) y *Space Charge Limited Current* (SCLC). Imagen reproducida de la referencia [85]. (b) γ vs. $V^{1/2}$ obtenido para un dispositivo de Au/ TiO_2 (108 nm)/Al de $20 \times 25 \mu\text{m}^2$. 160 ciclos de conmutación. La flecha apunta al instante donde creemos que se activa el mecanismo NL a $\sim 0.4 \text{ V}^{1/2}$. (c) Curvas I - V log-log. La pendiente de la recta que ajusta el LRS III y IV a baja tensión (Ohm) es $R \sim 3.3 \text{ k}\Omega$ mientras que la recta que ajusta a alta tensión (SCLC) responde a $I \propto V^2$. La flecha blanca podría indicar la evolución del mecanismo SCLC. La curva roja II indicaría el mecanismo Schottky junto con el NL. (d) Circuito equivalente del sistema. NL: elemento no lineal.

para la curva III como para IV. Llegando a $\sim 0.4 \text{ V}^{1/2}$ el exponente comienza a aumentar hasta llegar a un máximo local en $\sim 0.85 \text{ V}^{1/2}$. Esto sugiere que otro mecanismo está participando en la conducción que no involucra a la interfaz

del BE. Por lo tanto, es esperable que este mecanismo también está presente en el estado HR (curvas I y II).

A partir de la comparación con los casos de conducción pura, en el HRS II, cuando la barrera ha sido restituida, debemos pensar en un mecanismo Schottky puro debido a que la curva del exponente γ comienza en el origen. Luego, aproximadamente a $\sim 0.4 \text{ V}^{1/2}$ y $\gamma \sim 1$, notamos un cambio de pendiente de la curva. En este punto, un nuevo mecanismo comienza a aportar a la conducción. Esta observación coincide con el análisis del párrafo anterior, sugiriendo que el otro mecanismo de conducción se activa alrededor $\sim 100 \text{ mV}$ en la curva I - V .

Más marcada es la influencia de este mecanismo que para el estado HR en la excursión positiva I. Antes de continuar con la descripción de la curva I, podemos hacer una interpretación de estos resultados con un circuito equivalente. Es posible considerar al sistema compuesto por los elementos de la Figura 5.18d, donde la barrera Schottky del HRS es representada por el diodo cuyo ánodo es el oro y el cátodo el TiO_2 . En el LRS, esta diodo se convierte en un elemento óhmico (R_{sch}) debido a la inhibición de la barrera. A su vez, este elemento se encuentra en serie con uno no lineal (NL) cuya influencia es apreciable a partir de los 100 mV . Por último, una resistencia en serie representa la interfaz del TE.

Con el modelo equivalente en mente, en la curva I (azul, $V > 0$), el diodo Schottky se encuentra polarizado en inversa, es decir, esa rama no participa de la conducción. Debemos pensar entonces en otro circuito equivalente que contemple el rápido incremento observado $\sim 0.1 \text{ V}^{1/2}$. Suponemos que dicho efecto está relacionado con una conducción tipo túnel y que a mayores tensiones se manifiesta el mecanismo NL de *bulk* que está presente en las otras curvas (II y III).

A partir de la observación de las curvas log-log de la Figura 5.18c podemos asociar al elemento NL un mecanismo de conducción de *bulk* SCLC. Esta hipótesis es coherente con la presencia de trampas de defectos como OV o centros metálicos Ti^{+3} distribuidos en la matriz del óxido de titanio. Varios autores han reportado la observación de SCLC puro en dispositivos de RS basados en TiO_2 [96, 97].

En nuestro sistema, este mecanismo tendría un rol predominante en los estados LR y HR. Al aumentar la tensión, el elemento no lineal transitaría por los tres regímenes de SCLC, esto es, régimen óhmico $I \propto V$ a partir de los 100 mV, régimen de transición cuadrático $I \propto V^2$ (proceso de llenado de trampas) a partir de tensiones un poco más elevadas y, finalmente, régimen SCLC donde $I \propto V^2$ (ley de Child) aproximadamente a 1 V donde se produce el SET. En el gráfico log-log también se puede apreciar la región óhmica del LRS y el mecanismo propuesto hacia tensiones más elevadas. La flecha blanca representaría la evolución del SCLC mientras el diodo está en inversa (curva I).

5.3.4. Confiabilidad

Otra característica interesante a observar de los dispositivos de RS es la distribución de estados de resistencia remanente alta y baja, HR y LR, respectivamente. En la Figura 5.19b se muestra la distribución acumulada de ambos estados para el dispositivo de 108 nm de espesor de TiO_2 y un área de $20 \times 25 \mu\text{m}^2$. Luego del electroformado, el dispositivo fue sometido a 160 ciclos según la Figura 5.19a. La resistencia remanente del dispositivo fue registrada con una tensión de lectura de 100 mV.

En el gráfico podemos notar que ambos estados poseen una dispersión relativa⁸ baja $\sigma_{\text{HR}}/\mu_{\text{HR}} = 0.21$ y $\sigma_{\text{LR}}/\mu_{\text{LR}} = 0.15$. La diferencia entre ambos estados da una ventana de conmutación de dos órdenes de magnitud ($\sim 260 \text{ k}\Omega$) y un cociente promedio $\text{HR}/\text{LR} = 77$. Analizando la evolución de los estados en función del número de ciclo es posible observar que la dispersión no proviene de un fenómeno estadístico sino que existe una suave deriva temporal de los estados (Figure 5.19c). Haciendo un ajuste lineal obtenemos que la deriva resulta $\sim 400 \Omega/\text{ciclo}$ para el HRS mientras que para el LRS $\sim 1.6 \Omega/\text{ciclo}$. Es decir, si continuamos conmutando el dispositivo esperamos que el estado HR manifieste una caída.

Este efecto donde la resistencia del estado HR disminuye al aumentar los

⁸ σ = desviación estándar. μ = valor medio.

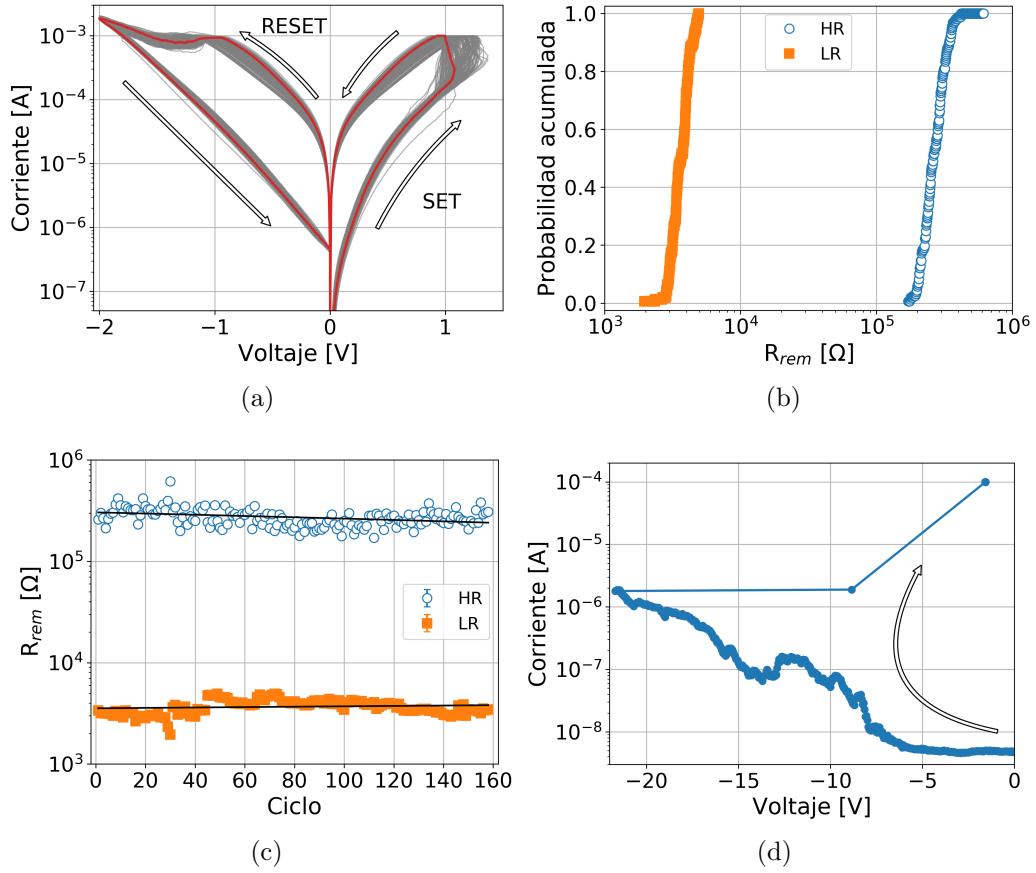


Figura 5.19: Evolución característica de un dispositivo Au/TiO₂(108 nm)/Al de $20 \times 25 \mu\text{m}^2$ de área. (a) 160 ciclos de conmutación en escala semi-log. Resaltamos la primera curva I - V (roja) por sobre las siguientes (grises). Marcamos la dirección de conmutación con flechas blancas. (b) Distribución acumulada de estados HR y LR. (c) HRS y LRS obtenidos en cada ciclo de conmutación. (d) Curva de electroformado.

ciclos de conmutación⁹ es conocido como falla de RESET. Esta falla señala que el proceso de RESET es poco efectivo y gradualmente degrada el estado HR. Relacionando este efecto con el modelo microscópico es posible atribuir la degradación a dos mecanismos. Por un lado, como ya mencionamos existe la posibilidad de que parte de los iones de oxígeno que son desplazados hacia la interfaz del BE generen O₂(g). Si esta pequeña reserva de gas se fuga iremos perdiendo gradualmente oxígeno y no será posible recombinar OV con

⁹Cuando sometemos un dispositivo a ciclos de conmutación sucesivos, decimos que estamos haciendo un ensayo de *endurance*.

OI. Es decir, el control preciso de los iones de oxígeno es fundamental para lograr una recombinación completa. Si este control no existe o es insuficiente, tendremos un filamento conductor de gran tamaño que es prácticamente gobernado por las vacancias sin influencia del oxígeno. Alternativamente, el filamento puede volverse demasiado grande en forma gradual durante el SET. Si esto sucede, eventualmente los parámetros de conmutación óptimos irán cambiando, prohibiendo un adecuado RESET.

Esta inestabilidad es uno de los problemas que enfrentan los dispositivos de RS y conllevan a la incapacidad de conmutación. Inclusive este fenómeno se ha observado en dispositivos con rendimientos más elevados que los presentados aquí. Por ejemplo, Chen *et al.* presentan en [98] muestras multicapa de Pt/HfO_x/TiO_x/HfO_x/TiO_x/TiN cuyo *endurance* es $>10^9$ ciclos. En el trabajo, los autores reportan dispositivos que mantienen ventanas de hasta un orden de magnitud entre los estados HR y LR durante los primeros $\sim 10^6$ ciclos. Luego, reportan que el estado HR comienza a degradarse. También observan degradación del LRS y postulan los posibles mecanismos para que eso ocurra.

En nuestra muestra, la dispersión relativa del LRS es menor comparando con la del HRS por lo que podemos pensar que la degradación del HRS surge por el primer mecanismo de falla de RESET mencionado, i.e. control impreciso de OV.

Los efectos de la degradación de estados son más notables al omitir el paso del electroformado. En la Figura 5.20 podemos ver el mismo experimento en una muestra de 21 nm de espesor de TiO₂ y área $10 \times 10 \mu\text{m}^2$. Repetimos el estímulo controlando tensión entre -2 V y 2 V con corriente de complianza a 50 μA .

La omisión del electroformado causa que el filamento de TiO_{2-x} no predomine en la conmutación. El óxido mantiene su baja conductividad original manifestando corrientes bajas durante toda la curva I - V . Las resistencias remanentes son elevadas luego de la conmutación y la ventana entre estados resulta baja dando un cociente promedio¹⁰ $\text{HR}/\text{LR} = 2.6$ (Figura 5.20b).

¹⁰Calculado con los diez primeros ciclos.

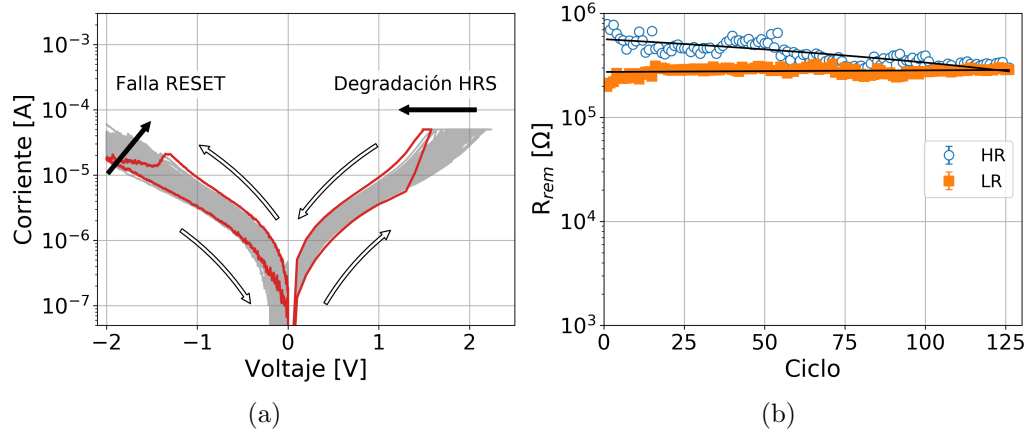


Figura 5.20: Evolución característica de un dispositivo Au/TiO₂(21 nm)/Al sin electroformar de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ de área. (a) 128 ciclos de conmutación en escala semi-log. Resaltamos la primera curva I - V (roja) por sobre las siguientes (grises). Marcamos la dirección de conmutación con flechas blancas. En negro la falla de RESET y la degradación HRS. (b) HRS y LRS obtenidos en cada ciclo de conmutación. Gráficos en la misma escala vertical que la Figura 5.19.

La capacidad de mover vacancias y oxígenos cerca de la interfaz activa del dispositivo, i.e. Au/TiO₂, se ve disminuida ya que el campo eléctrico en esa región es menos intenso por la ausencia del filamento conductor (contrario a la Figura 5.16b). Como consecuencia, los parámetros de conmutación se alteran gradualmente haciendo que las tensiones aplicadas no tengan la misma efectividad que en el caso anterior. En resumen, al sistema le resulta más difícil conseguir el cambio de estado y la falla de RESET ocasiona que el estado HR se degrade con una deriva de $-2.3 \text{ k}\Omega/\text{ciclo}$ mientras que el LR con $98 \Omega/\text{ciclo}$.

5.3.5. Dispositivos reproducibles y variabilidad

Para comprender cuán reproducibles son nuestros dispositivos estudiamos las propiedades que poseen luego de ser fabricados. Nos enfocamos, primero, en el análisis de la distribución de resistencias prístinas, es decir, las resistencias de las juntas sin operar (R_{pris}). Para ello medimos la resistencia de dispositivos de diferentes áreas aplicando 30 pulsos de 100 mV y registrando la corriente. Segundo, inicializamos un conjunto de dispositivos de

4 y $250 \mu\text{m}^2$ de área y analizamos las tensiones de electroformado (V_{form}). Realizamos el proceso de electroformado controlando tensión, configurando corrientes de complianza diferentes para analizar el impacto de esta variable en la resistencia del dispositivo post-formado ($R_{\text{post-form}}$). Las excursiones de formado fueron realizadas hasta -15 V y las corrientes de complianza I_{comp} configuradas variaron entre 1 y $100 \mu\text{A}$. Para estas experiencias utilizamos dispositivos con 57 nm de espesor de óxido.

En la Figura 5.21 podemos ver la resistencia prístina de los dispositivos en función del área. Idealmente, el resultado esperado para este experimento, i.e. R_{pris} vs. área, es una relación de proporcionalidad inversa de alguna función del área, por ejemplo, la conocida ecuación $R = \rho L/A$. Lejos de esta situación, el gráfico muestra un diagrama de cajas¹¹ que expone una débil tendencia. A pesar de que a mayor área notamos la disminución del valor de la mediana (a excepción de los datos de $250 \mu\text{m}^2$), la posible relación entre ambas variables queda oculta por la gran dispersión que presentan los dispositivos recién fabricados.

En la Figura 5.22 mostramos los resultados de la serie de dispositivos electroformados de áreas 4 y $250 \mu\text{m}^2$. Como podemos apreciar 25 de los 27 dispositivos analizados presentaron $R_{\text{pris}} > 1 \text{ M}\Omega$. La distribución de los datos abarca prácticamente todo el rango de la excursión de tensión aplicada. La distribución para dispositivos de $4 \mu\text{m}^2$ tiene la moda hacia tensiones mayores (en valor absoluto), aproximadamente, entre -12 y -14 V. Mientras, los dispositivos de $250 \mu\text{m}^2$ presentan una tensión de electroformado media de -7.3 V, aunque a bajas tensiones los datos se distribuyen uniformemente sin acentuar ningún valor en particular. Si bien es necesario una muestra de datos de mayor tamaño, esta observación insinúa que áreas más grandes tendrán una tensión de electroformado menor. Esta idea no sorprende ya que a mayor área la probabilidad de encontrar defectos en la interfaz es mayor, haciendo que sea más sencillo provocar la ruptura suave del óxido [99].

Estos comentarios, en conjunto con los realizados sobre las dispersiones

¹¹Recordemos que el diagrama de cajas indica el mínimo y el máximo de la muestra de datos mediante las barras mientras que la caja ocupa el cuartil 2 y 3 de la muestra (por lo que las barras exteriores ocupan los cuartiles 1 y 4). La línea naranja indica la mediana de la muestra.

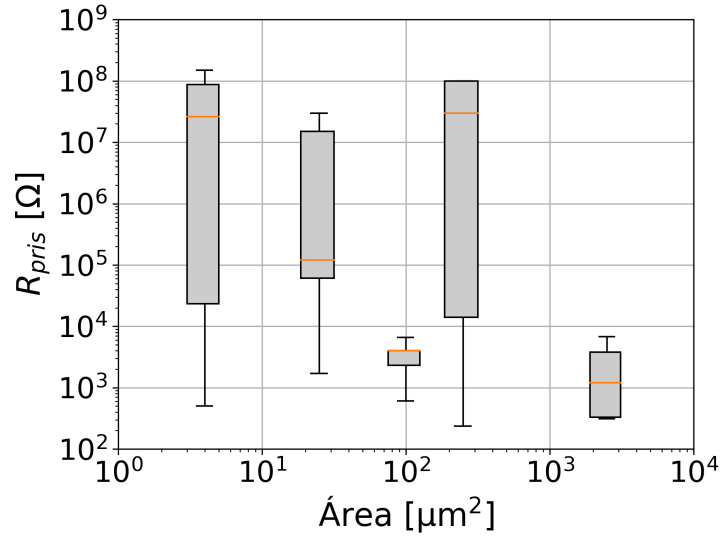


Figura 5.21: Resistencia prístina en función del área para *cross-bar* de Au/TiO₂(57 nm)/Al. Tamaño de la muestra de datos para cada área: $N_4 = 26$, $N_{25} = 3$, $N_{100} = 7$, $N_{250} = 17$ y $N_{2500} = 5$.

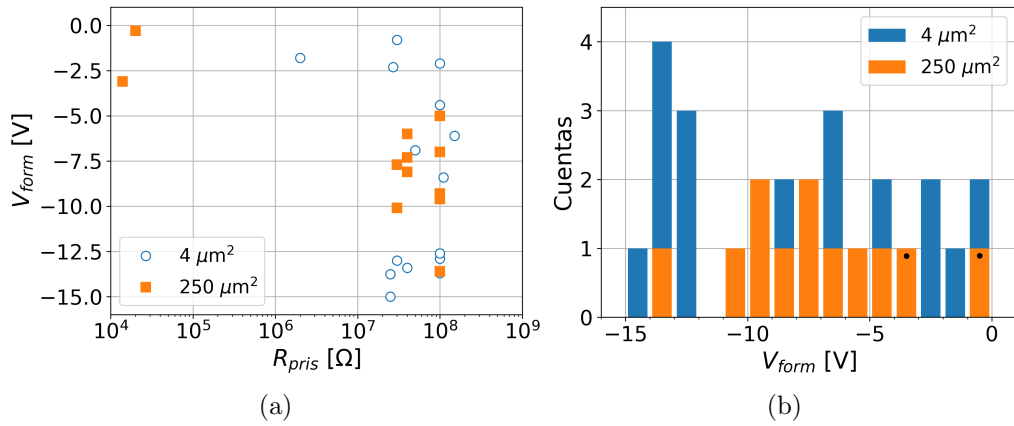


Figura 5.22: Tensión de electroformado de dispositivos *cross-bar* de Au/TiO₂(57 nm)/Al. (a) Tensión de electroformado en función del área. (b) Distribución de la tensión de electroformado. Los puntos negros sobre las barras naranjas indican que esos dispositivos poseen $R_{pris} < 1 \text{ M}\Omega$.

de R_{pris} en función del área, sugieren que existen defectos en los dispositivos que van en perjuicio de la reproducibilidad del comportamiento de las juntas. Debido a que los dispositivos no sufren ningún estrés eléctrico desde que son fabricados hasta estas pruebas, las fallas únicamente pueden origi-

narse durante el proceso de fabricación. Algunas posibilidades ya las hemos mencionado en párrafos anteriores, por ejemplo, la presencia de rebabas que alteran el espesor del óxido e intensifican el campo. Otra posible causa de esta irreproducibilidad puede ser contaminación de las interfaces con partículas orgánicas o metálicas que se encuentren adheridas fuertemente a las películas previamente depositadas. Si bien entre los procesos de *lift-off* realizamos baños de acetona e IPA en sonicador para remover residuos de fotoresina son estos mismo baños los que por mal lavado o un secado insuficiente pueden convertirse en contaminación. Descartamos la opción de contaminación de fotoresina por un insuficiente revelado ya que, en general, revelamos 30 s más que el tiempo calibrado (sobre-revelado) para asegurar la ausencia de contaminación antes del depósito del metal o del óxido.

Analizando el impacto de la corriente de complianza durante el electroformado, en la Figura 5.23a podemos observar la resistencia post-formado en función de la corriente de complianza configurada en el proceso. Los datos corresponden a los dispositivos formados con las tensiones de la Figura 5.22. Los símbolos grises muestran las resistencias iniciales de los dispositivos y la flecha indica la tendencia a disminuir luego del electroformado. Observamos, además, que resistencias menores a 1 k Ω son obtenidas independientemente del valor de complianza configurado. También, notamos que la probabilidad de obtener estados resistivos más elevados es más alto al configurar I_{comp} entre 1 y 10 μA . En la Figura 5.23b graficamos la resistencia post-formado según la resistencia prístina de cada dispositivo. Allí podemos apreciar esto último notando que para corrientes de complianza mayores a 10 μA los estados resistivos que se obtienen son, en su mayoría, menores 10 k Ω . También notamos que el estado resistivo obtenido luego del electroformado no depende de la resistencia prístina. Asimismo, en muy pocos casos, a corrientes de complianza muy bajas, el electroformado tuvo un efecto volátil o el estado formado resultó inestable de tal forma que al registrar la resistencia $R_{\text{post-form}} \sim R_{\text{pris}}$. Esto se puede ver en los puntos ubicados sobre la línea punteada negra (recta identidad).

Esta variabilidad observada en el proceso de electroformado dificulta la comparación de los parámetros de conmutación V_{RESET} o V_{SET} . Por un lado,

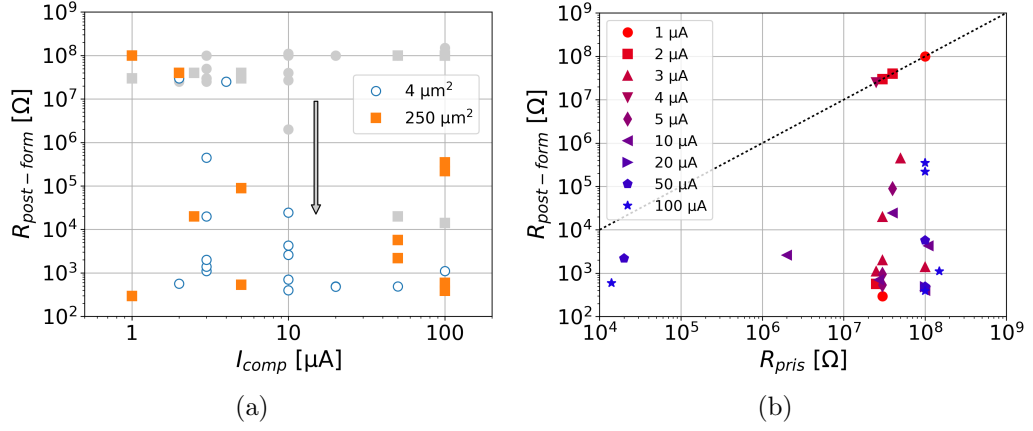


Figura 5.23: Resistencia post-formado para dispositivos de 57 nm de espesor óxido con 4 y $250 \mu\text{m}^2$ de área. (a) $R_{\text{post-form}}$ en función de la corriente de complianza utilizada. En gris claro se representan los valores de resistencia prístina para los dispositivos. La flecha indica que, en general, el cambio de resistencia es negativo. (b) Resistencia luego del electroformado vs. la inicial. La recta punteada negra corresponde a la identidad $R_{\text{post-form}} = R_{\text{pris}}$.

porque la cantidad de dispositivos que fue posible conmutar resultó muy baja. Teniendo en cuenta que ya contábamos con un tamaño de muestra de datos reducido, no fue posible extraer información confiable. Por otro lado, las diferentes V_{form} registradas indican que los dispositivos no se encuentran en igualdad de condiciones, por lo que una comparación directa de los datos sería incorrecta.

5.4. Discusión

El cálculo del exponente γ nos permitió determinar que el mecanismo dominante en el LRS es óhmico y que a tensiones elevadas creemos que predomina SCLC. En cambio, en el HRS el mecanismo dominante es Schottky con una contribución de SCLC a tensiones altas. Es importante notar que la densidad de puntos de la tensión aplicada juega un rol fundamental en la determinación del mecanismo a muy baja tensión por lo que para dilucidar lo que realmente sucede a bajas tensiones sería conveniente utilizar las rampas de tensión con 1 mV de incremento. Esto se aplica tanto al LRS que aca-

bamos de mencionar como al HRS I del cual no hemos podido fundamentar sólidamente el pico observado a $0.15 \text{ V}^{1/2}$. Para validar el modelo propuesto también podemos recurrir al cálculo del exponente γ mediante una simulación numérica o realizar mediciones a bajas temperaturas para resaltar los mecanismos de conducción que no son activados térmicamente.

Al estudiar la reproducibilidad de las muestras nos dedicamos a estudiar el desempeño de una muestra de 57 nm de espesor de óxido. Por un lado, observamos una gran variabilidad en la resistencia prístina de los dispositivos que atenta contra la obtención de datos en condiciones repetibles. El origen de esta variabilidad fue discutido sugiriendo como posibles causas los procedimientos de fabricación asociados a pasos tipo *lift-off*. Una de las causas que va en detrimento de la tasa de dispositivos bien fabricados es la generación de rebabas causadas por el uso de fotoresina positiva *lift-off*. La Figura 5.24 muestra cómo se generan estos defectos en la fabricación. En la Sección 5.2, obtuvimos la altura de las rebabas en los bordes de la barra del BE mediante AFM. Todas las mediciones superan los 100 nm. Esto justifica que los dispositivos presentados con 21 nm de espesor TiO_2 no superaron los 50 ciclos de conmutación sin exhibir un cambio brusco en la I - V , mostraron grandes derivas por ciclo y dispersiones relativas. Por el contrario, los dispositivos de 108 nm de espesor presentaron conmutación por al menos 160 ciclos. También vimos que las rebabas fueron las que acentuaban la generación de burbujas durante el electroformado aumentando el riesgo de romper el dispositivo.

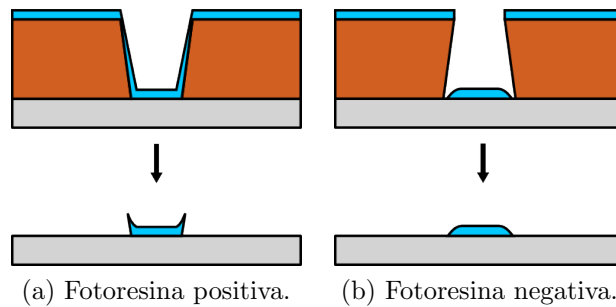


Figura 5.24: Resultado del *lift-off* según perfil de fotoresina.

Otro aspecto que estudiamos fue la tensión de electroformado para dos áreas muy diferentes 4 y $250 \mu\text{m}^2$. El experimento arrojó resultados poco

Tabla 5.3: Opciones para evitar generación de $O_2(g)$ en la interfaz BE/ TiO_2 y mejorar la variabilidad de los dispositivos.

Alternativa	Motivo	Impacto
Reducción del área	Disminución del volumen	Alto
Reducción del espesor	Disminución del volumen	Bajo
BE no-noble	Evita acumulación excesiva de $O_2(g)$ y funciona como reservorio de iones de oxígeno	Alto
Remoción de rebabas	Disminución de la intensificación del campo eléctrico	Medio

precisos. La distribución de valores de tensión resultó uniforme haciendo que no podamos comparar los comportamientos posteriores. Una variable a considerar es el tiempo de reacción de la SMU al imponer la corriente de compliance configurada. Es sabido que las SMUs tardan entre decenas y centenas de microsegundos en hacer efectivo el límite de corriente [100, 14]. Algunas modificaciones en la configuración experimental para el proceso de electroformado han sido implementadas por otros autores obteniendo mejoras el comportamiento posterior. Concretamente, Lee y colaboradores proponen en [100] utilizar un transistor de corte rápido colocado en serie con el dispositivo de forma tal que, mediante el control de la base del transistor, se limite la corriente cuando se produce el filamento conductor.

Analizando el desempeño de los dispositivos durante la conmutación, las inestabilidades observadas en los estados HR y LR tienen origen en diferentes puntos. Por un lado, la degradación del HRS está asociada a la pérdida de IO por liberación de $O_2(g)$ y por otro lado a la incorrecta configuración de las tensiones de RESET.

Varias estrategias se pueden procurar si deseamos evitar la generación de burbujas. Las mismas estrategias se puede emplear para mejorar la tasa de éxito de fabricación, es decir, la disminución de la presencia de rebabas, disminuir la dispersión de resistencias prístinas y reducir la variabilidad de la tensión de electroformado. En la Tabla 5.3 listamos las opciones.

Algunas de las alternativas listadas implican realizar un nuevo estudio

sobre los dispositivos ya que conllevan cambios en los materiales del sistema. Otros, en cambio, son modificaciones de diseño y fabricación. La reducción del área implica migrar de técnica de litografía, por ejemplo, a litografía por haz de electrones. La reducción del espesor, de poco impacto, es sencilla de aplicar disminuyendo el tiempo de depósito. De todas formas, si las rebabas no son removidas la reducción del espesor es inútil. Como ya anticipamos en la discusión de la Sección 5.2, para la remoción de vestigios podemos recurrir a fotoresinas negativas. En el siguiente Capítulo abordaremos algunas de estas estrategias. Esto es, el cambio del material del electrodo inferior y remoción de rebabas.

Capítulo 6

Reducción de dispositivos a celdas *cross-point*

En el Capítulo pasado presentamos el sistema bajo estudio de este trabajo de Tesis. El proceso de fabricación involucrado en dicho Capítulo es el más sencillo para estudiar el fenómeno de RS y consiste en pocos pasos elementales del tipo *lift-off*. Cuando el objetivo es obtener dispositivos con menor variabilidad y conseguir integrarlos a otras tecnologías es necesario solucionar los problemas encontrados en el Capítulo anterior. A saber, presencia de rebabas que cortocircuitan la celda e intensifican el campo eléctrico, residuos de fotoresina en las interfaces, baja adhesión entre la película de TiO_2 y el Au en la interfaz del BE, y variabilidad en la resistencia prístina y tensión de electroformado. Para superar estos obstáculos es inevitable recurrir a un proceso de fabricación más sofisticado. En este Capítulo, presentaremos un sistema similar al del Capítulo pasado con una modificación estructural. Además, estudiaremos el impacto de la presión parcial de oxígeno en el proceso de electroformado. El proceso de fabricación con el que obtendremos los dispositivos involucra una mayor cantidad de pasos de fabricación en aras de proteger las interfaces de nuestro dispositivo. Al mismo tiempo, este proceso utiliza estrategias similares a las que se emplean en la industria del semiconductor.

En las muestras que presentaremos en este Capítulo estudiaremos los

procesos de electroformado, los mecanismos de conducción, los estados de conmutación y, en el Capítulo 10 su respuesta en ambientes hostiles.

6.1. Microfabricación de celdas *cross-point*

En la presente Sección se describe el proceso de fabricación que nos permitió obtener celdas de memoria individuales de Au/Ti/TiO₂/Al para diferentes estequiometrías del óxido. Las técnicas empleadas como así también el equipamiento utilizado se describieron en el Capítulo 3. La fabricación de las muestras se realizó en el INL de Portugal partiendo de un sustrato con todo el apilamiento previamente depositado en las instalaciones del CMNB-INTI. De esta forma, realizamos la multicapa sin romper vacío con los materiales estudiados utilizando los parámetros de depósito ya determinados. Luego, en el INL, dimos forma al apilamiento para definir los dispositivos y colocamos los contactos y las vías.

En contraposición al arreglo *cross-bar* del Capítulo anterior, los dispositivos de memoria fabricados en este proceso están aislados eléctricamente entre sí. Es decir, no poseen un electrodo común. En la bibliografía, a estos dispositivos de geometría individual se los conoce como *cross-point* debido a que cada uno de ellos se considera como una mínima unidad de memoria. Por un lado, esto permite estudiar los dispositivos con mayor libertad debido a que la ruptura física de alguno de los electrodos no afecta a los dispositivos vecinos. Por otro lado, permite colocar dispositivos con una distribución espacial que facilite su caracterización en una estación de prueba automática.

La fabricación comienza con el depósito de la multicapa de materiales que darán lugar al fenómeno de RS. Sobre una oblea de silicio con óxido térmico de 1 μm se depositan consecutivamente las siguientes capas sin romper vacío: Ti/Au/Ti/TiO₂/Al. Los depósitos de los metales se realizaron mediante DC *magnetron sputtering* a una presión total de 1 mTorr de Ar. El depósito del óxido de titanio es reactivo, partiendo de un blanco de Ti 4N del fabricante Goodfellow con una atmósfera mixta de Ar y O₂. Se fabricaron tres familias de muestras de diferentes óxidos de titanio mediante el control de la presión

parcial de oxígeno, $p(\text{O}_2)$. Se utilizaron $p(\text{O}_2)/p_{\text{tot}} = 0.25, 0.30$ y 0.35 con una presión total de 8 mTorr. Los blancos de Au y Al fueron los mismos empleados en la fabricación de las *cross-bar*.

Los tiempos de depósito para cada capa son, en orden, 3/1/3/30/8 en min. Esto produjo espesores de 30/60/30/100/200 en nm con dispersiones de 5 nm aproximadamente. Más adelante, mostramos cortes transversales de las muestras que evidencian variaciones del espesor del dióxido de titanio debido a que las condiciones de depósito varían según la $p(\text{O}_2)$ elegida.

Las dos capas de titanio adyacentes al film de Au juegan el rol de *buffers* de adhesión. La primera permite adherir el Au al sustrato y la segunda evita que las capas de TiO_2 y las superiores se desprendan durante los pasos de fabricación de este proceso (Apéndice B).

Los siguientes pasos de fabricación dan forma al dispositivo con un enfoque de fabricación estrictamente *top-down*. La apariencia inicial de la muestra se esquematiza en la Figura 6.1a. Nuestro dispositivo estará conformado entre el electrodo inferior de Au/Ti y la capa de aluminio como electrodo superior. En el siguiente paso, depositamos una capa multifuncional de TiWN que actúa como un recubrimiento antireflectivo para la litografía y funciona también como capa de sacrificio para los siguientes pasos ya que otorga resistencia química frente a ataques húmedos a la multicapa depositada previamente. Esta aleación con un bajo porcentaje de nitrógeno ha demostrado funcionar exitosamente como barrera para la difusión del oro utilizado en las interconexiones de *wire-bonding* [101]. El depósito de la película multifuncional se realiza por *sputtering* DC sobre toda la oblea. Depositamos un *stack* de TiWN/Al(SiCu)/TiWN con 100/10/15 nm de espesor. La capa de aluminio de 10 nm juega el rol de “informante” para el proceso de *ion milling* con monitor SIMS: cuando el monitor registra un pico en la señal del aluminio y un valle en la señal del TiWN sabemos que hemos llegado al recubrimiento del TE. La incorporación de esta película delgada en el dispositivo no significa una modificación en el funcionamiento ya estudiado para el sistema de TiO_2 debido a que la juntura entre los dos metales Al/TiWN resulta óhmica.

A continuación, por *spin-coating* depositamos $0.6 \mu\text{m}$ de fotoresina ne-

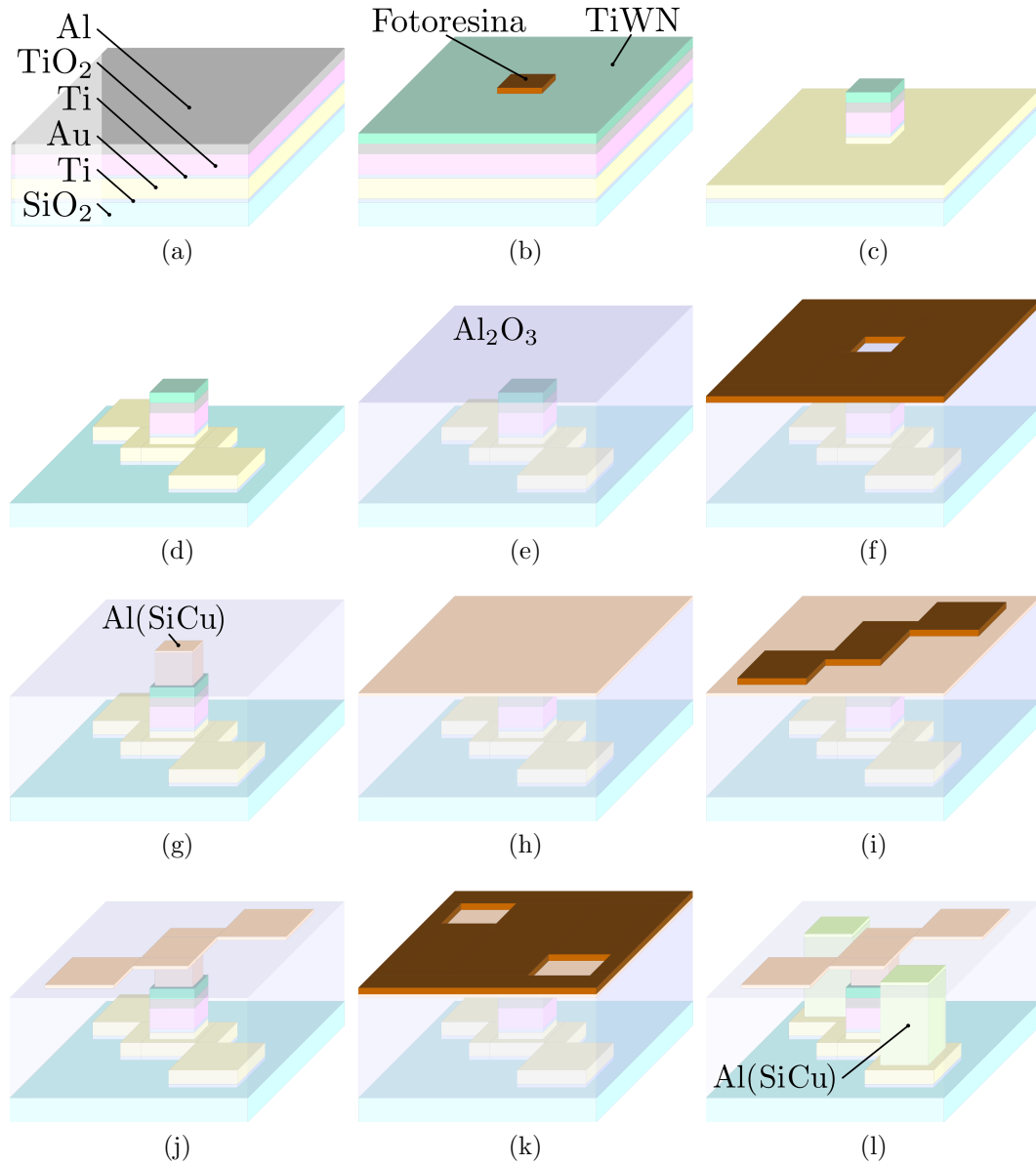


Figura 6.1: Proceso de fabricación de celdas ReRAM *cross-point*: (a) Depósito de la multicapa sobre el sustrato de Si/SiO₂. El film inferior es SiO₂. (b) Depósito de TiWN y litografía para la definición del micropilar. (c) *Ion milling* hasta el BE. (d) Definición del BE. (e) Aislación con alúmina. (f) Litografía para la generación de la vía al TE. (g) Depósito de la vía al TE. (h) Depósito de Al(SiCu) en oblea completa para TE. (i) Litografía para la definición del TE. (j) *Ion milling* hasta la alúmina. (k) Litografía para la generación de vías al BE. (l) Depósito de vías de Al(SiCu) para contactar el BE.

gativa AZ1505 de Microchemicals con el fin de determinar el patrón de los pilares cuadrados que darán forma a cada dispositivo. Para promover la adhesión de la fotoresina, previamente cubrimos las muestras con HMDS en un vaporizador. Usando un sistema de escritura directa por láser (LDW) hacemos la litografía sin máscara para definir el patrón de los micropilares. Después del revelado, la muestra tiene el aspecto que se presenta en la Figura 6.1b.

El área definida para los pilares barre un amplio rango que va desde los $10000 \mu\text{m}^2$ hasta $1 \mu\text{m}^2$. Los lados de los dispositivos cuadrados toman los valores de 100, 90, 85, 80, 75, 70, 65, 60, 55, 50, 45, 40, 35, 30, 25, 20, 18, 16, 14, 12, 10, 9, 8, 7, 6, 5, 4, 3, 2 y $1 \mu\text{m}$.

Luego, mediante *ion milling* atacamos todo el sustrato colocado a 130° respecto del haz de iones hasta exponer la película de Au¹. Mediante un monitor SIMS incorporado en el equipo de *ion milling* controlamos la señal de Au para evitar la remoción completa de esta capa. Una vez que los pilares quedaron definidos, la muestra es inclinada a 165° para remover los residuos que suelen alojarse en la base de los pilares por redeposición del material erosionado. En este punto, el dispositivo se ve como en la Figura 6.1c.

Una vez que hemos definido nuestros pilares, removemos la fotoresina y lavamos suavemente las muestras para realizar la segunda litografía. El procedimiento es similar a lo comentado anteriormente a diferencia del espesor. Aquí usamos $1 \mu\text{m}$ de fotoresina para evitar el desprendimiento de la superficie del oro. Luego, empleando *ion milling* definimos el BE para cada dispositivo (Figura 6.1d). Después de esto, depositamos aproximadamente 500 nm de Al_2O_3 que funciona como dieléctrico para aislar eléctricamente a los dispositivos independientes y proteger a los pilares de partículas del medio ambiente que puedan depositarse sobre el dispositivo y cortocircuitarlo. En la Figura 6.1e se puede observar cómo se encuentra la celda ReRAM en esta etapa.

El siguiente paso es abrir una vía para contactar el electrodo superior por medio de un proceso de litografía seguido de un *ion milling* (Figuras

¹A 0° el plano que contiene a la muestra es paralelo a la dirección del haz de iones (Figura 3.9).

6.1f). En esta etapa, usamos cuadrados un poco más pequeños que los pilares originales para definir la vía. Dado que tenemos áreas grandes y pequeñas de micropilares, y las áreas grandes se erosionan más rápido que las más pequeñas, es necesario saber precisamente qué capa estamos atacando y cuándo parar. En este momento es cuando la capa TiWN depositada previamente funciona como indicador para la detención del *ion milling*. Esta capa nos revela cuando estamos por llegar al electrodo superior de aluminio. Después de abrir la vía, depositamos el metal, Al(SiCu), por DC *magnetron sputtering* (Figura 6.1g). Conociendo la tasa de depósito, el *sputtering* se realiza hasta sobrepasar el nivel superior de la alúmina depositada (~ 500 nm) como se ilustra en la Figura 6.1h.

A continuación, mediante un proceso de litografía sobre el metal definimos el patrón del TE que será protegido durante el ataque por *ion milling* (Figura 6.1i). Luego de remover la fotoresina, el dispositivo se encuentra como en la Figura 6.1j y está listo para el depósito de una nueva película de fotoresina con el objetivo de definir las vías para contactar el electrodo inferior. Mediante LDW se definen vías cuadradas de $150\ \mu\text{m}$ de lado, Figura 6.1k.

Finalmente, abrimos la vía por medio de *ion milling* y la rellenamos con Al(SiCu) depositado con DC *magnetron sputtering* hasta superar el nivel de la alúmina nuevamente. Al finalizar, removemos la fotoresina y el dispositivo se encuentra como en la Figura 6.1l. Aquí concluimos la fabricación del dispositivo. En la Figura 6.2 podemos apreciar un esquema de un corte transversal del dispositivo y los materiales que lo conforman.

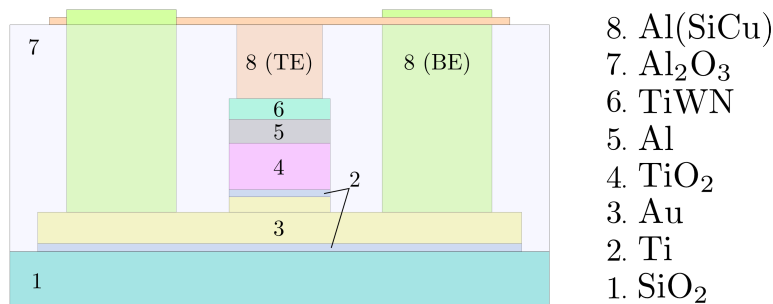


Figura 6.2: Esquema de un corte transversal de una celda *cross-point* finalizada.

En las ilustraciones de la Figura 6.1, los dispositivos aparentan estar aplanados. Al depositar el film de alúmina sobre toda la oblea, en la posición de los pilares el film copia la topografía por lo que las ilustraciones de la Figura son simplemente esquemas que nos permiten interpretar el dispositivo fácilmente. Aclaramos entonces que la capa de alúmina no fue aplanada. No empleamos ningún tipo de técnica de planarización a lo largo de este trabajo². Un perfil adquirido por perfilometría de contacto detalla la topografía que presenta la muestra a lo largo de la línea punteada, Figura 6.3. En el perfil registrado podemos observar el relieve que produce (de izquierda a derecha) el BE, el TE, los picos que produce el pilar y la vía en un dispositivo de $70 \times 70 \mu\text{m}^2$.

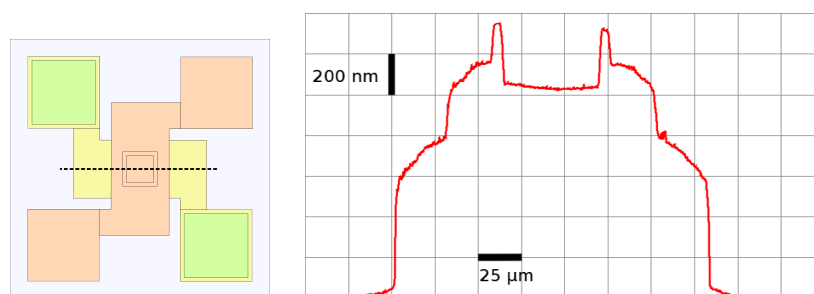


Figura 6.3: Esquema de la vista superior de una celda *cross-point* finalizada y un perfil de topografía adquirido sobre la línea punteada negra mediante perfilometría de contacto.

Para concluir, resaltamos lo que mencionamos al comienzo de este Capítulo. Este proceso de fabricación cuida las interfaces involucradas en la conmutación, a saber las interfaces Ti/TiO_2 y TiO_2/Al . La celda activa del dispositivo de memoria se realiza sin romper vacío, evitando la redeposición de metales y compuestos orgánicos que surgen en los tres procesos de litografía y lift-off que solíamos hacer en el proceso de fabricación de barras cruzadas. Si bien conseguimos producir las juntas en el depósito de la primera multicapa sin entrar en contacto con el oxígeno de la atmósfera, existe la posibilidad de oxidación por parte del BE de Ti. Esto puede suceder debido a la difusión de oxígeno intersticial del TiO_2 o por el desplazamiento de iones de oxígeno durante la operación del dispositivo. Al mismo tiempo, cuando se

²La planarización o *flattening* se consigue mediante técnicas de ataque químico y mecánico de pulido conocidas como *Chemical-Mechanical Polishing*.

deposita el dióxido de titanio, la atmósfera de la cámara del *sputtering* es rica en oxígeno por lo que es factible que la película de titanio también se oxide durante ese tiempo.

En la Figura 6.4 nos encontramos con la imagen de los dispositivos *cross-point* fabricados. Podemos apreciar los contactos superiores de aluminio más opacos y los contactos inferiores dorados con vías de aluminio más claras en los extremos de las barras de Au. La diferencia de esta apariencia radica en la rugosidad de la alúmina que rodea a todos los dispositivos. En la intersección de ambos electrodos se encuentra el micropilar cuadrado. 600 μm separan a los dispositivos en ambas direcciones en este arreglo periódico.

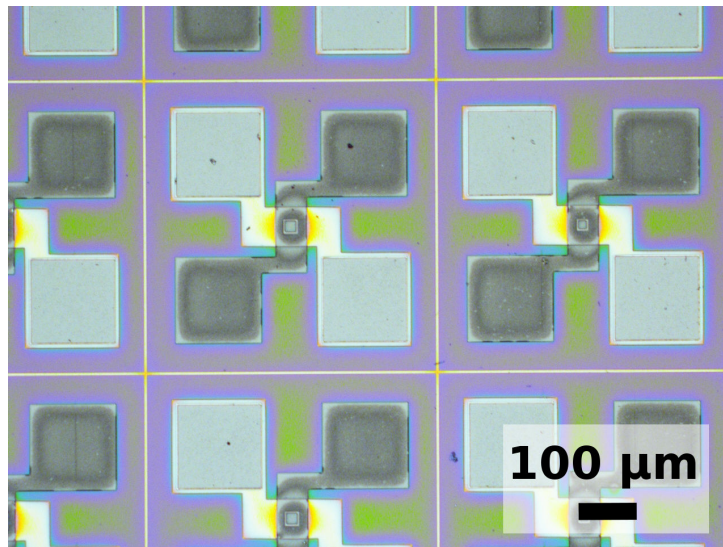


Figura 6.4: Dispositivo *cross-point* luego de finalizar su fabricación. Imagen adquirida con microscopio óptico.

Como observaciones finales de este proceso de fabricación podemos mencionar tres aspectos importantes. En primer lugar, como hemos podido observar en los cortes transversales de las imágenes de SEM, este método logra remover los vestigios de rebabas que alteraban los espesores de las celdas en la disposición *cross-bar*. Esto, como veremos en la siguientes Sección 4.2, permitió registrar una gran cantidad de curvas de electroformado y mediciones *C-V* debido a la alta tasa de éxito en la fabricación.

En segundo lugar, el proceso es muy versátil para definir el patrón de los

dispositivos, los pilares. Debido a que se utiliza un equipo de litografía de escritura directa por láser sin máscara es fácil editar el patrón para determinar la geometría y el tamaño deseado. Conseguir el patrón de barra cruzada del Capítulo anterior es el siguiente paso para lograr mayor integración cuidando las interfaces. Como desventaja, este proceso de fabricación es costoso desde el punto de vista de los tiempos involucrados. Particularmente, el método de litografía incrementa considerablemente tiempo de fabricación. Para mitigar esto, diseñamos una máscara de Cr sobre cuarzo cuya fabricación estuvo a cargo de la empresa Compugraphics. La máscara posee los diseños tanto para campo claro como campo oscuro. No sólo cuenta con los patrones de las etapas fabricación de pilares sino también con patrones para realizar la interconexión entre los dispositivos *cross-point* en uno de los últimos pasos de la fabricación permitiendo así armar arreglos lineales de varios bits.

En tercer lugar, este proceso de fabricación utiliza un equipo de *ion milling* que hoy en día no existe en la infraestructura del sistema CyT a nivel nacional. En otras palabras, implementar este tipo de fabricación es inviable en Argentina hoy en día. Como alternativa existen tres técnicas que pueden imitar la técnica *ion milling*. Como primera alternativa, podemos recurrir a un equipo de RIE. La ventaja de emplear este equipo es la selectividad lo que podría inclusive traer una ventaja sobre el *ion milling* aunque, no es directo conseguir los insumos para atacar cada material. Como segunda opción, recurrir a un *sputtering* es una buena elección. La principal desventaja es la posibilidad de curar la fotoresina por un incremento de la temperatura sobre la muestra. Como consecuencia, debemos incorporar pasos de enfriamiento que prolongan los tiempos de fabricación o bien recurrir al uso de máscaras duras como SiO_2 o Si_3N_4 . Un detalle adicional es la calibración de las tasas de ataque de los materiales a erosionar. La última alternativa es recurrir a ataques por vía húmeda. Como ventaja esto puede resultar en ataques selectivos pero debemos tener especial cuidado, al igual que con RIE, en evitar tasas de ataque “cruzadas”. Es decir, evitar atacar varios materiales con diferentes tasas con una misma solución. Por ejemplo, es posible atacar los films de Al y Ti con KOH pero también es probable que ataquemos al mismo tiempo a la fotoresina. Como beneficioso, sólo algunas soluciones atacan al film de Au (yoduro de potasio y agua regia por ejemplo) haciendo que esa capa

funcione como barrera para exponer el pilar. El ataque selectivo de TiO_2 es el mayor de los problemas de esta alternativa ya que hemos encontrado pocas soluciones para este material (HF diluido en nuestro laboratorio o ácido fosfórico H_3PO_4 según [102]). En las últimas dos alternativas que repasamos, la pérdida de anisotropía es evidente.

6.2. Caracterización morfológica

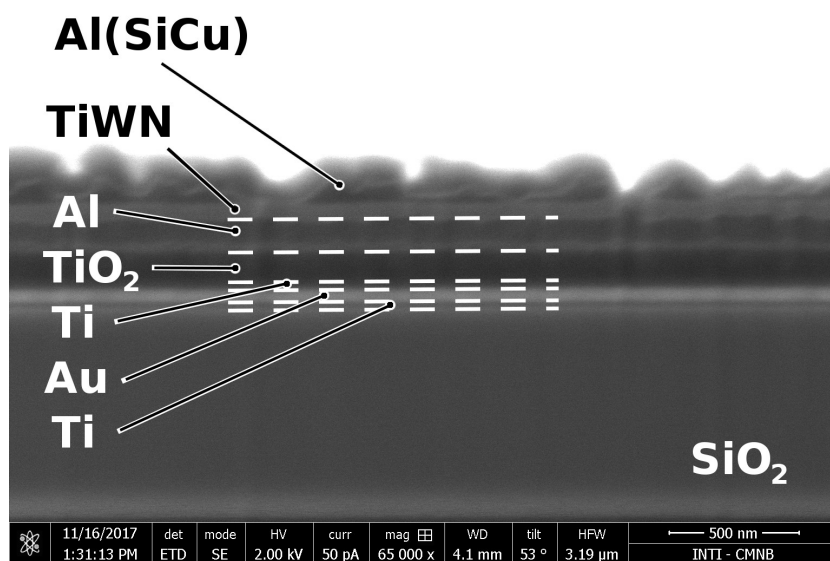
Se determinaron los espesores de las capas de óxido de titanio mediante SEM realizando cortes transversales con un FIB. Los espesores para las diferentes presiones parciales de oxígeno fueron 300, 320 y 130 nm con un error en la determinación del espesor de 10 nm para $p(\text{O}_2)/p_{\text{tot}} = 0.25, 0.30$ y 0.35, respectivamente.

En la Figura 6.5b se muestra un corte transversal de la muestra donde se puede apreciar la vía que contacta al electrodo superior del micropilar que se encuentra rodeado por la alúmina y se ubica sobre el sustrato de Si/SiO₂. El recuadro indica la multicapa que se puede apreciar en la Figura 6.5a.

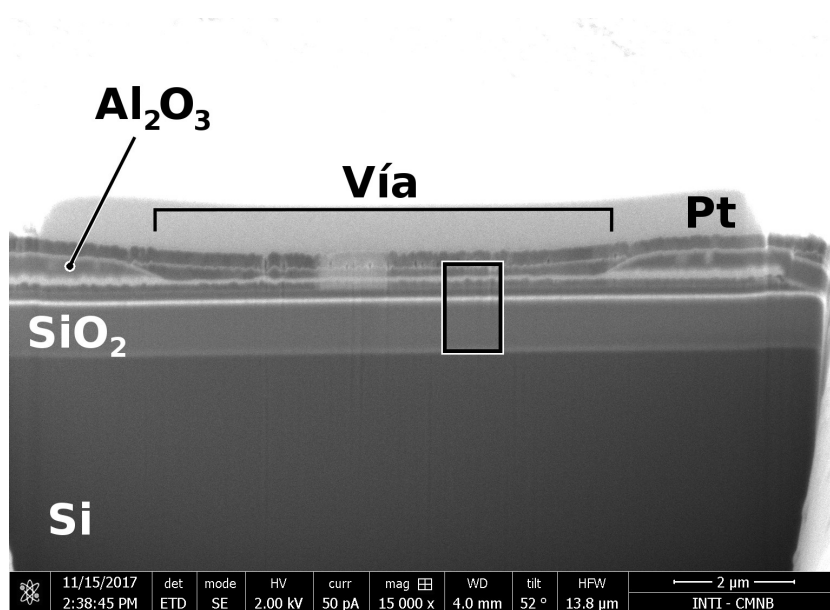
Existe en la bibliografía evidencia de que nuevas aleaciones surgen en la interfaz superior entre el óxido de titanio y el aluminio. A continuación, citamos los trabajos donde estudian sistemas similares al nuestro. Esto es un electrodo superior de Al y el óxido de titanio como elemento que exhibe RS.

Se cree que existe una capa de óxido de aluminio, presumiblemente Al_2O_3 , entre la capa de TiO_2 y el electrodo superior de Al. Esto es reportado por Jeong y colaboradores en [97]. Allí, la capa oxidada es observada por TEM y, según los autores, surge a raíz de la oxidación del electrodo de aluminio por la difusión de oxígeno luego de fabricarlo. El espesor no es reportado explícitamente pero a partir las imágenes del trabajo puede inferirse que posee ~ 3 nm por lo que es probable que suceda *tunneling* directo y que su contribución eléctrica en una curva I - V no sea fácil de discriminar.

De igual manera, Ghenzi en su Tesis sobre un sistema similar al nuestro [14], menciona que existe evidencia de esta capa oxidada pero no fue observada directamente. La suposición de su existencia se basa en la dependencia



(a)



(b)

Figura 6.5: Corte transversal de un dispositivo finalizado. (a) Multicapa que conforma el pilar del dispositivo sobre el SiO_2 del sustrato. (b) Micropilar rodeado por alúmina, contactado superiormente por la vía. Se puede apreciar el Pt depositado por el FIB y el sustrato de Si/SiO_2 .

de la tensión de ruptura del óxido de titanio en función del espesor cuya ordenada al origen (relación lineal) sugiere, entre otras cosas, una contribución de la capa de alúmina.

En otro trabajo [103], Kim *et al.* sugieren que esa capa no es aluminio oxidado sino TiO_2 con aluminio intersticial. Las imágenes adquiridas por TEM reportadas en el trabajo indican que el óxido de la interfaz superior tiene alrededor de 5 nm. Además, mediante una caracterización por rayos X en TEM (EDS-TEM) muestran que en la interfaz superior coexisten dos materiales: TiO_2 deficiente en oxígeno (TiO_{2-x}) y aluminio por lo que inferen que la capa se encuentra dopada con aluminio.

En nuestro trabajo, la interfaz superior entre el óxido y el TE podría exhibir una nueva capa. Por otro lado y de manera análoga, podemos pensar que en la interfaz inferior entre el BE de titanio y el óxido aparece una nueva capa de titanio oxidado. Así, el óxido de titanio depositado por *sputtering* incrementaría su espesor y el BE pasaría a ser el Au que se ubica debajo del Ti. Esto podría inducir un cambio en el mecanismo de conducción al operar el dispositivo en reversa debido la diferencia entre la función trabajo del Au y el Ti (~ 0.8 eV [89]).

Dake realizó un experimento sobre TiO_2 amorfo en [104]³. Allí, no estudió la conmutación de la juntura sino que observó por XPS que al depositar aluminio sobre el óxido, el aluminio se oxidaba y el TiO_2 éste se reducía.

Para observar si existe la formación de estos óxidos en las interfaces de nuestras muestras, analizamos un dispositivo fabricado con $0.35p_{\text{tot}}$ de presión parcial de oxígeno. Primero, realizamos varios ciclos I - V controlando tensión, sin electroformar, como puede verse en la Figura 6.6a. El dispositivo fue dejado en el estado LRS $\sim 1 \text{ G}\Omega$ ($V_{\text{read}} = 100 \text{ mV}$) como se muestra el inset del gráfico. Luego, observamos sus interfaces mediante STEM para determinar si surgen nuevas aleaciones. Para ello preparamos una lamella con un espesor suficientemente delgado para que electrones de 30 keV atraviesen el material. La imagen de lamella puede apreciarse la Figura 6.6b. Las

³Aclaremos que también realiza su estudio sobre TiO_2 cristalino, particularmente sobre la interfaz (110) pero a partir de sus observaciones concluye que no existe diferencia con el dióxido amorfo.

dimensiones aproximadas de la región delgada son $9 \times 8 \mu\text{m}^2$ con un espesor entre 100 y 200 nm.

En una primera instancia observamos el corte transversal mediante campo claro e identificamos las interfaces de interés. Las mismas se ubican en los recuadros 1 y 2 de la Figura 6.6c. El modo BF reveló la presencia de un material diferente a TiO_2 y Al en la interfaz 1. El brillo de esta nueva capa en BF sugiere la presencia de un material con un número atómico menor que el TiO_2 . Recordemos que en las microscopías electrónicas de transmisión, a mayor Z , mayor dispersión, menor brillo. La capa de oro o la que contiene tungsteno son ejemplos de esto. Con esto en mente, si bien la composición de la capa deberíamos determinarla mediante EDS-TEM, podemos pensar que los materiales que la componen son aluminio y oxígeno en vez de titanio. Esto indicaría entonces que estamos frente a una interfaz en la que se formó óxido de aluminio.

En una segunda instancia, observamos la muestra en campo oscuro con un detector de gran ángulo (HAADF). Con este modo podemos obtener mayor contraste entre los materiales y validar nuestra hipótesis. En la Figura 6.7 se presenta una imagen adquirida con este detector. Allí podemos ver claramente la presencia de una aleación diferente. La delgada capa resulta más oscura debido a que el detector colecta una menor cantidad de electrones provenientes de la interfaz. La trayectoria de los electrones es afectada en menor medida por el bajo Z del material.

Observando la figura detenidamente podemos notar que el espesor de la capa no es uniforme. Procesando la imagen, determinamos que la capa cuenta con (15 ± 5) nm de espesor. Este espesor resulta bastante mayor a lo observado en los trabajos citados [103, 97]. Esto podría estar relacionado con dos factores. El primero tiene que ver con el estado del dispositivo. En las dos referencias, según lo reportado por los autores, las medidas en TEM fueron realizadas sobre un dispositivo recién fabricado que no sufrió ningún estrés eléctrico. Por el contrario, nuestro dispositivo fue estimulado durante los ciclos de conmutación. Es decir, la capa pudo haber crecido durante los ciclos I - V del dispositivo. Un estudio sistemático por STEM podría revelar los espesores de esta capa en función de los ciclos de vida de un dispositivo.

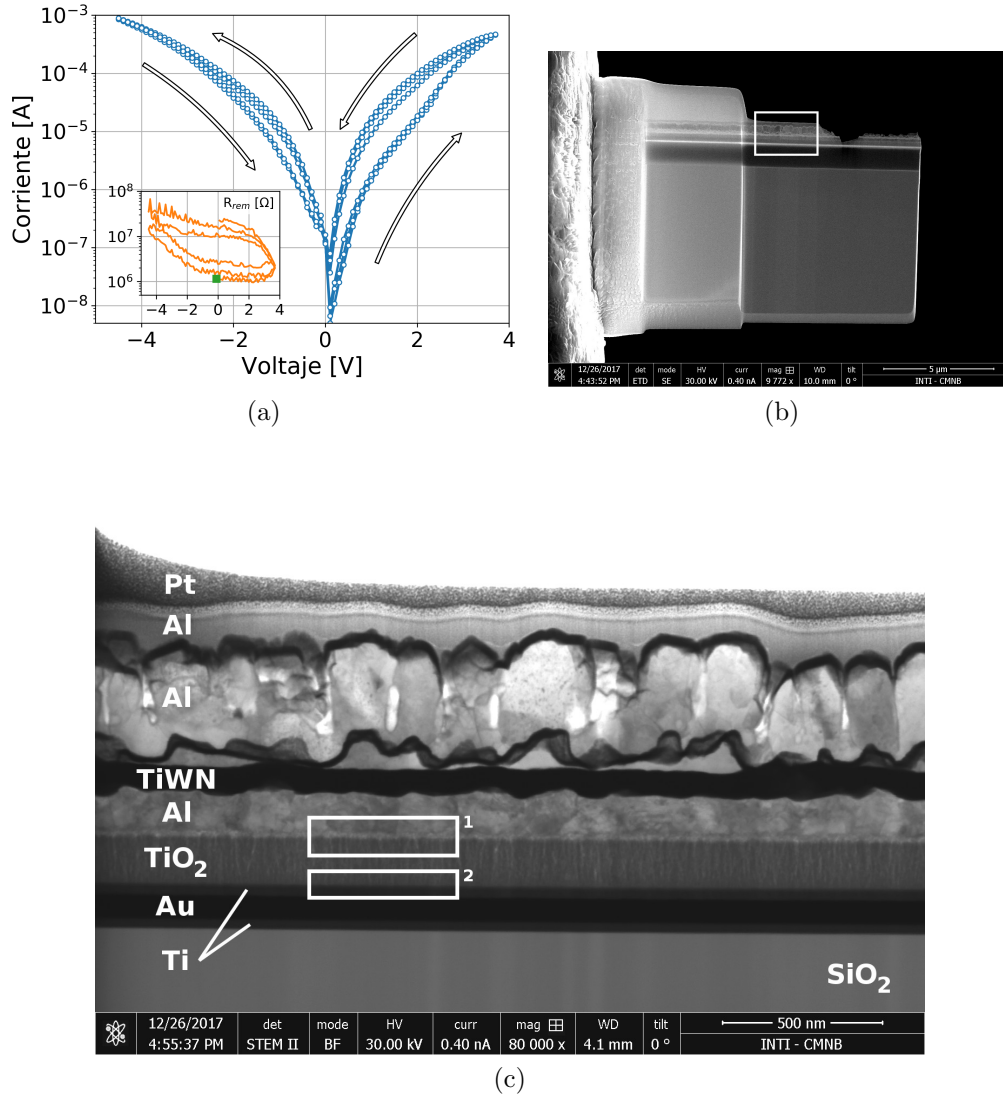


Figura 6.6: (a) Ciclos de conmutación del dispositivo de TiO₂ *cross-point* de $70 \times 70 \mu\text{m}^2$ con $p(\text{O}_2) = 0.35p_{\text{tot}}$. El inset muestra la resistencia remanente del dispositivo leída a 100 mV. El cuadrado verde es el estado final donde se ha dejado al dispositivo. (b) Lamella para observación por STEM. El recuadro indica la posición de (c). (c) Imagen de STEM de campo claro de la multicapa del dispositivo. Los recuadros marcan las interfaces de interés.

El segundo factor, está asociado a la disponibilidad de oxígeno en el *bulk* de TiO₂. En [103], el espesor de TiO₂ es 10 nm con un área de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ y la capa TiO₂(Al) es de 5 nm. En [97], el óxido es de 14 nm con un área de $60 \times 60 \mu\text{m}^2$ y la capa de AlO de 3 nm. En nuestro trabajo, recordemos,

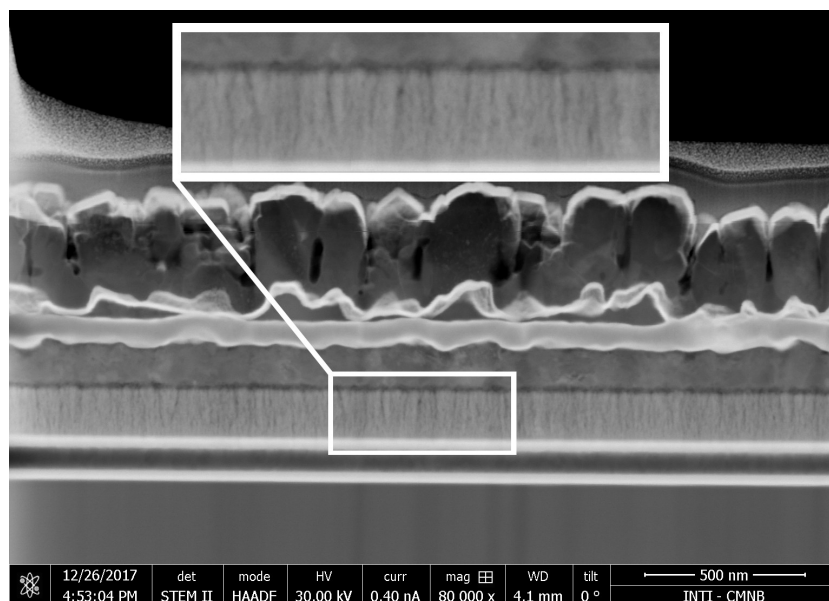


Figura 6.7: Observación de un dispositivo de geometría individual por campo oscuro en STEM. Se observa el buen contraste entre los elementos que participan en las interfaces con el TiO_2 . (a) Imagen de campo oscuro de gran ángulo (HAADF). Misma región que la Figura 6.6c.

el espesor del óxido es 130 nm con un área de $70 \times 70 \mu\text{m}^2$ y la capa en la interfaz 1 es de 15 nm . Es decir, el volumen de oxígeno disponible es entre uno y dos órdenes de magnitud mayor en nuestra muestra.

Otro aspecto interesante para observar de las imágenes son las “fibras” que aparecen en la capa de dióxido de titanio. Una inspección rápida de la imagen nos lleva a pensar que podrían ser artificios del proceso de *milling* del FIB producidos por diferencias entre las durezas de los materiales erosionados con el haz de Ga^+ . Sin embargo, al modificar el mapa de colores como se observa en la Figura 6.8 podemos apreciar que esos artificios aparecen claramente en el óxido de silicio, poseen un tamaño característico mayor y están espacialmente asociados al aluminio rugoso superior. Además, las fibras no resultan rectas sino que algunas son curvas o “serpenteantes” y su longitud no abarca el óxido por completo. Analizando estos detalles mediante un algoritmo de detección de picos⁴ encontramos que la densidad es (35 ± 2) filamentos por μm . A partir de un perfil de intensidades en la mitad del

⁴Algoritmo detección de picos del paquete `peakutils` para Python.

espesor del óxido, tomamos una muestra de 22 fibras y determinamos que el diámetro promedio es 9.3 nm con una dispersión de $\sigma = 2.8$ nm.

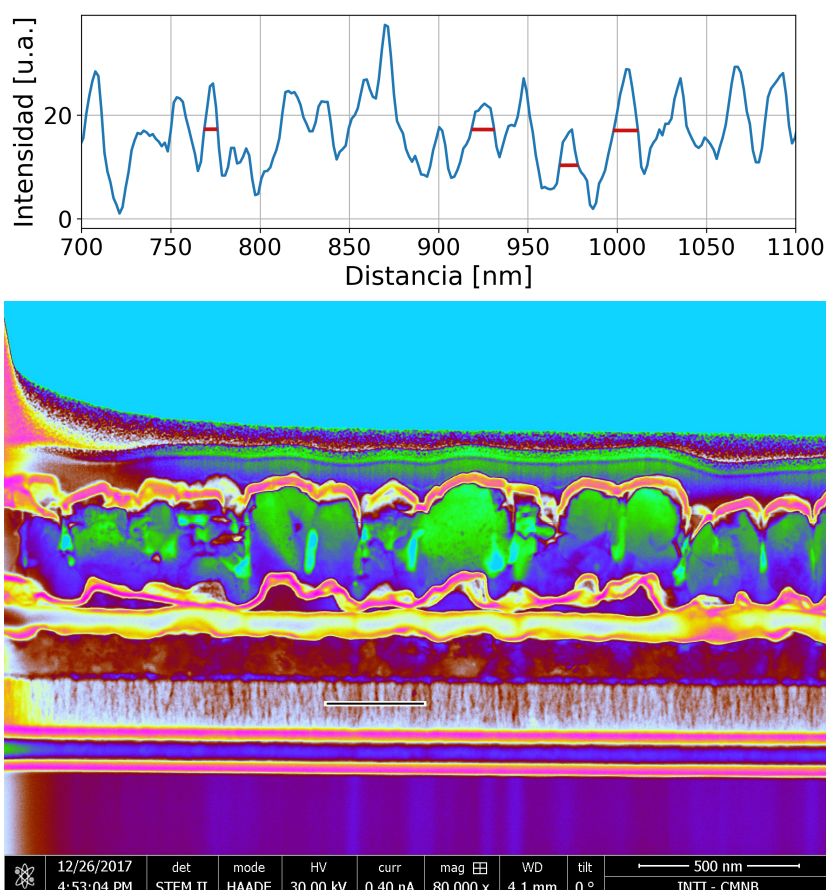


Figura 6.8: Observación de un dispositivo *cross-point* por campo oscuro en STEM. Misma imagen de la Figura 6.7 pero con el mapa de colores editado para resaltar detalles. La barra a mitad de altura del óxido indica la zona aproximada donde tomamos el perfil de intensidades donde podemos notar los picos correspondientes a la estructura de fibras. Las barras rojas horizontales en los picos del perfil de intensidad representan el diámetro de las fibras.

Para analizar la interfaz 2, recurrimos a la observación de la lamella por TEM. En la Figura 6.9 podemos encontrar una vista general del apilamiento. Allí podemos entrever en el óxido de titanio zonas más brillantes que es posible asociar a las fibras observadas por STEM. También pudimos determinar que el film de TiO_2 es amorfo, no observamos planos cristalinos en el film. Esto confirma lo estudiado en la Sección 5.2.2. En la Figura 6.10 encontramos

las imágenes referidas a las interfaces del dispositivo.

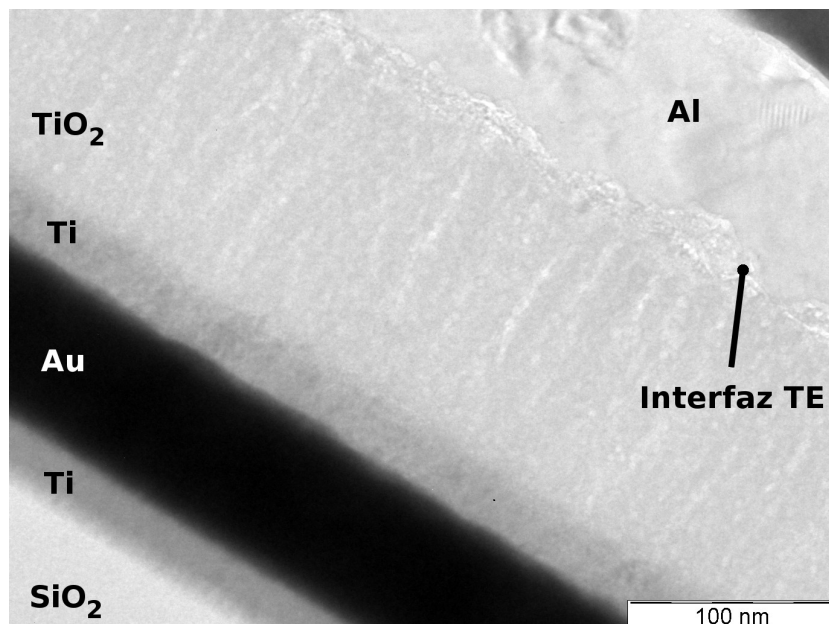


Figura 6.9: Observación del dispositivo *cross-point* por TEM. Misma lamella de las Figura 6.6 y 6.7. Vista general del apilamiento.

Examinando estas imágenes, notamos que la capa de Ti superior al Au posee un aspecto distinto que la capa de Ti inferior. Podemos juzgar la apariencia de ambos films analizando la Figura 6.10a. La diferencia indica que hubo una modificación en el film de Ti que se encuentra junto al óxido de titanio. El cambio sugiere que no sucedió una oxidación completa del film y que en la interfaz Ti/ TiO_2 se formó un óxido sub-estequiométrico con una gran concentración de vacancias. Adelantando observaciones que haremos en la siguiente Sección a partir de mediciones eléctricas, la presencia de este sub-óxido conlleva a la disminución de la altura de la barrera Schottky, modificando el mecanismo de conducción. También, observamos que la capa de Ti presenta regiones cristalinas (Figura 6.10b). Esto puede estar relacionado con las propiedades del titanio como film metálico o bien, puede ser evidencia de alguna fase del nuevo óxido. Para entender el origen de estos planos debemos realizar difracción de electrones en TEM y comparar las distancias interplanares que devuelva el análisis con la base de datos de Ti y TiO_2 . Esta experiencia aún está pendiente.

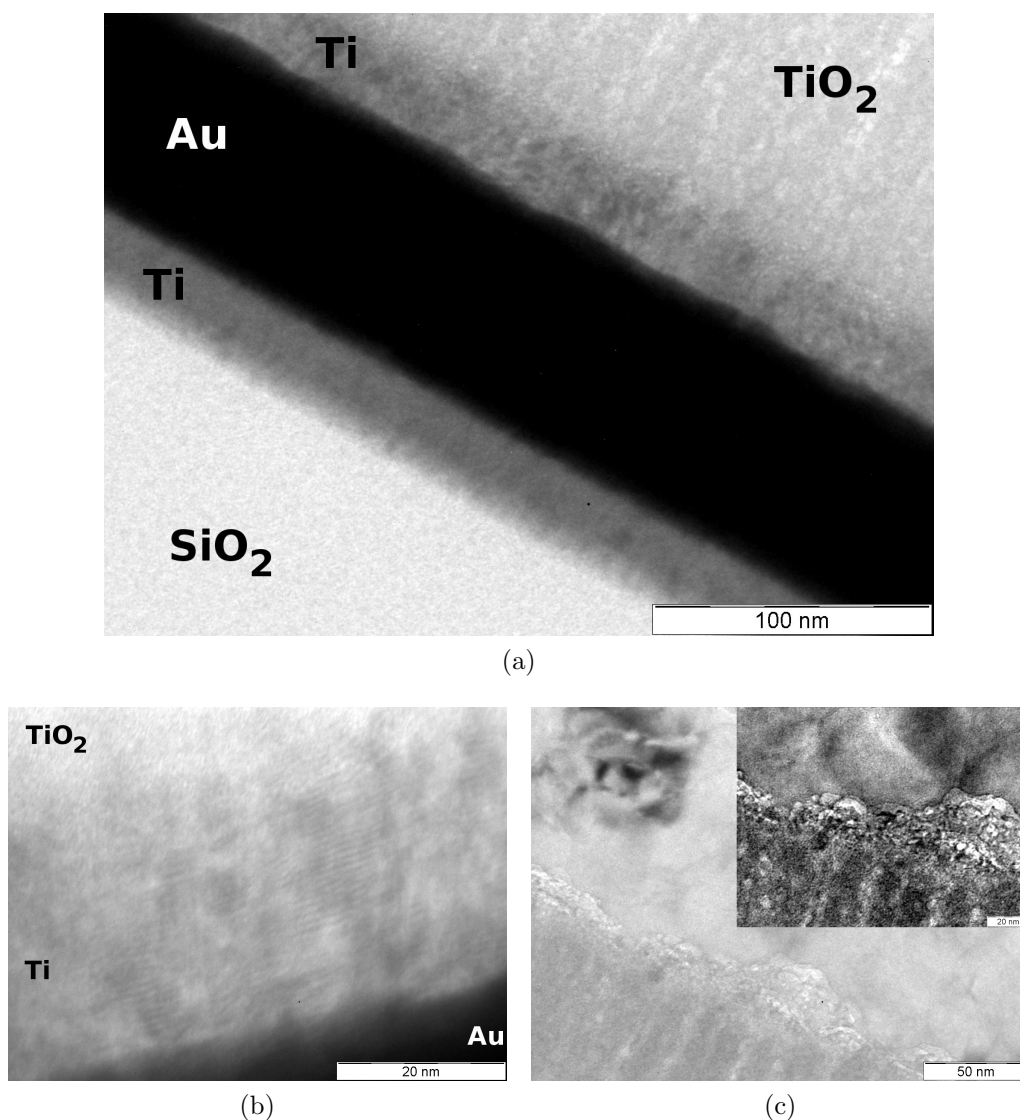


Figura 6.10: Imágenes de TEM de las interfaces de la lamella. (a) Detalle de la interfaz Ti/TiO₂. (b) Magnificación sobre la capa de Ti de la interfaz Ti/TiO₂. Presencia de planos cristalinos. (c) Interfaz del electrodo superior TiO₂/Al. Inset: imagen magnificada de la región. Escala: 20 nm.

Por otro lado, al observar la interfaz TiO₂/Al, Figura 6.10c, detectamos una morfología diferente a los films del óxido de titanio y de aluminio. La nueva capa parece ser amorfa y posee alrededor de 14 nm, confirmando la medición de STEM. No podemos asegurar la composición de forma precisa ya que no hemos podido realizar EDS-TEM. De todas formas, la aparición

de esta capa fortalece la idea de la oxidación del aluminio.

La asociación directa entre los filamentos conductores de vacancias del modelo de las *cross-bar* y las fibras observadas por STEM y TEM parece razonable al comparar los diámetros medidos con los reportados por Kwon y colaboradores en [105]. Allí, los autores reportas filamentos conductores cristalinos en Pt/TiO₂(40 nm)/Pt con un diámetro aproximado de 15 nm en la interfaz con el TE y 3 nm en la interfaz con el BE. Aquí, nuestro espesor resulta de 136 nm y nuestro óxido resulta amorfo por lo que la asociación parecería no ser tan directa. Para poder demostrar que las fibras son los filamentos conductores debemos realizar experimentos de conmutación en la cámara del FIB para observación directa de la distribución de fibras o la caracterización eléctrica con una técnicas de sonda como SPM o CAFM (*Conducting AFM*).

6.3. Caracterización eléctrica

La caracterización de los dispositivos se realizó empleando SMUs de un Keithley 4200 o 2602B en una configuración de cuatro o dos terminales⁵. Aplicamos estímulos forzando corriente y forzando tensión. Ambas configuraciones experimentales se muestran en la Figura 6.11. En la primera, inyectamos corriente por el TE manteniendo a tierra el BE y sensamos la tensión sobre el dispositivo utilizando los otros contactos que poseen los electrodos. En la segunda configuración, aplicamos tensión sobre el dispositivo y, simultáneamente, la misma SMU sensa la corriente que circula a través de la celda. No se conectan los otros dos terminales. Estas dos configuraciones nos permiten caracterizar las curvas I - V de los dispositivos.

Los estados de resistencia que presentan los dispositivos luego de su fabricación se encuentran alrededor de 50 k Ω para áreas grandes mientras que para áreas pequeñas obtenemos valores del orden de los G Ω . Esto se puede apreciar en la Figura 6.12 donde presentamos la dependencia de la resistencia del estado prístino (sin electroformar) con el área para la muestras de

⁵En el caso del 2602B solo es posible medir a dos terminales independientes o a lo sumo tres debido a las capacidades del equipo.

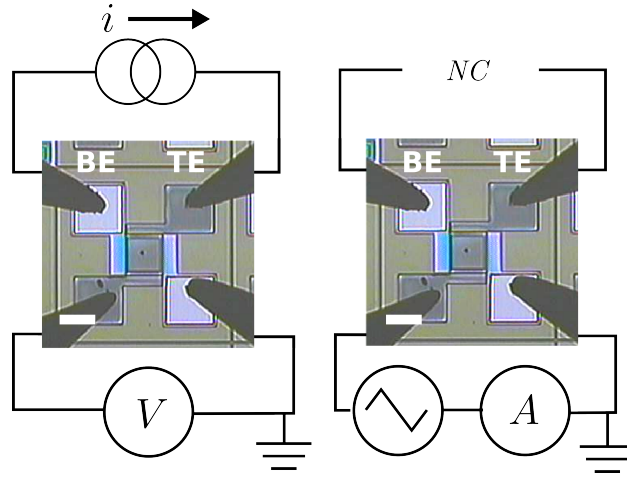


Figura 6.11: Configuración experimental para caracterización eléctrica de muestras *cross-point*. Izquierda: medición controlada en corriente a 4-t. Derecha: medición controlada en tensión a 2-t. *NC*: no conectado. La barra de escala equivale a $100\ \mu\text{m}$.

$0.25p_{\text{tot}}$ de presión parcial de oxígeno. En este caso, la medición se realizó a 2-t controlado tensión con un estímulo lineal de 0 a 300 mV con pasos de 100 mV.

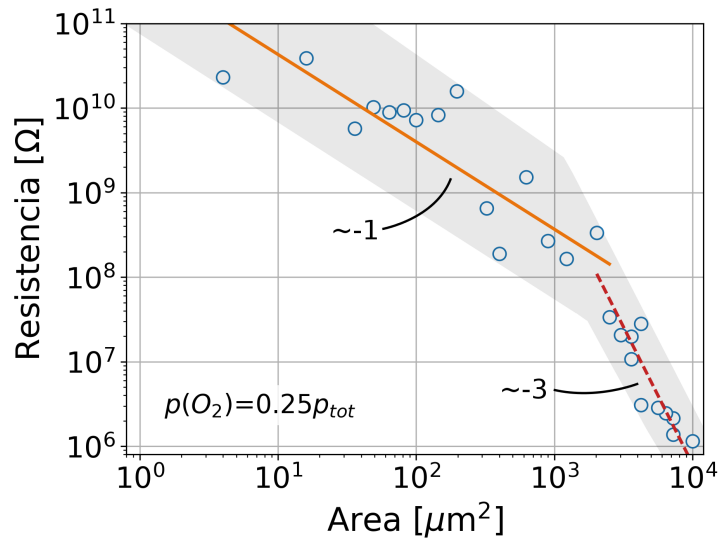


Figura 6.12: Resistencia prístina de celdas memoria de TiO_2 fabricadas con una presión parcial de oxígeno de $0.25p_{\text{tot}}$. Medición a dos terminales. La banda gris ha sido agregada a mano para evidenciar los dos regímenes y sus dispersiones. Los números indican los valores aproximados de las pendientes de los ajustes lineales. Pendiente ~ -1 para áreas $< 50 \times 50\ \mu\text{m}^2$. Pendiente ~ -3 para áreas $\geq 50 \times 50\ \mu\text{m}^2$.

Contemplando el gráfico advertimos que abarcamos un amplio rango de áreas. Notamos, como primera observación, que existe una gran dispersión de los datos que manifiesta la variabilidad que presentan los dispositivos en su estado prístino. Como segunda observación, podemos mencionar la existencia de dos regímenes lineales. En el gráfico log-log una relación lineal representa una ley de potencia de la forma $R = bA^c$ con b y c dos constantes determinadas por el ajuste. Como es sabido, a baja tensión, la resistencia es inversamente proporcional al área, $R = \rho L/A$ por lo que en esperamos una relación lineal con pendiente de -1 entre R y A . No obstante, debemos recordar que esta ecuación nace a partir del modelo de Drude para metales en conjunción con la ley de Ohm [106]. Si bien nosotros obtuvimos las resistencias a partir de mediciones en la región óhmica de la curva $I-V$ del dispositivo (campos eléctricos bajos), el material que estamos estudiando es dióxido de titanio, considerado como un semiconductor tipo n [88, 87, 107]. En segundo lugar, el modelo asume que el material es homogéneo y que a lo largo de todo el elemento conductor los portadores posee la misma movilidad y hallamos la misma estructura de bandas ($\rho = \frac{1}{q\mu_n n}$). En nuestro caso, estamos en presencia de dos regímenes. Por una lado, para áreas $< 50 \times 50 \mu\text{m}^2$ encontramos una relación lineal con pendiente -1.0 ± 0.2 y un coeficiente de correlación lineal de $R^2 = 0.76$. Esta relación no presenta diferencias significativas con la ecuación anterior y el coeficiente R^2 hace referencia a la gran dispersión de los datos en esta región. Por otro lado, para áreas $\geq 50 \times 50 \mu\text{m}^2$ encontramos una relación con pendiente -3.2 ± 0.5 y un coeficiente de correlación 0.84. Esto sugiere que a grandes áreas coexisten diferentes variaciones del óxido que se poseen diferentes concentraciones de portadores y/o diferentes movilidades (a través de una concentración de defectos mayor por ejemplo). Esto produce resistencias locales en paralelo que terminan reduciendo la resistencia total de la celda.

6.3.1. Electroformado

Al igual que en los dispositivos *cross-bar*, para inicializar los dispositivos *cross-point* es necesario realizar un proceso de electroformado. Los estímulos utilizados fueron controlando tensión hasta observar la ruptura suave o

limitar en complianza, configurada a 10 mA. También electroformamos dispositivos con corriente inyectando la señal por el electrodo inferior de tal forma que la tensión sobre el TE (Al) sea negativa. En ambos casos, el BE (Ti) se encontraba a tierra.

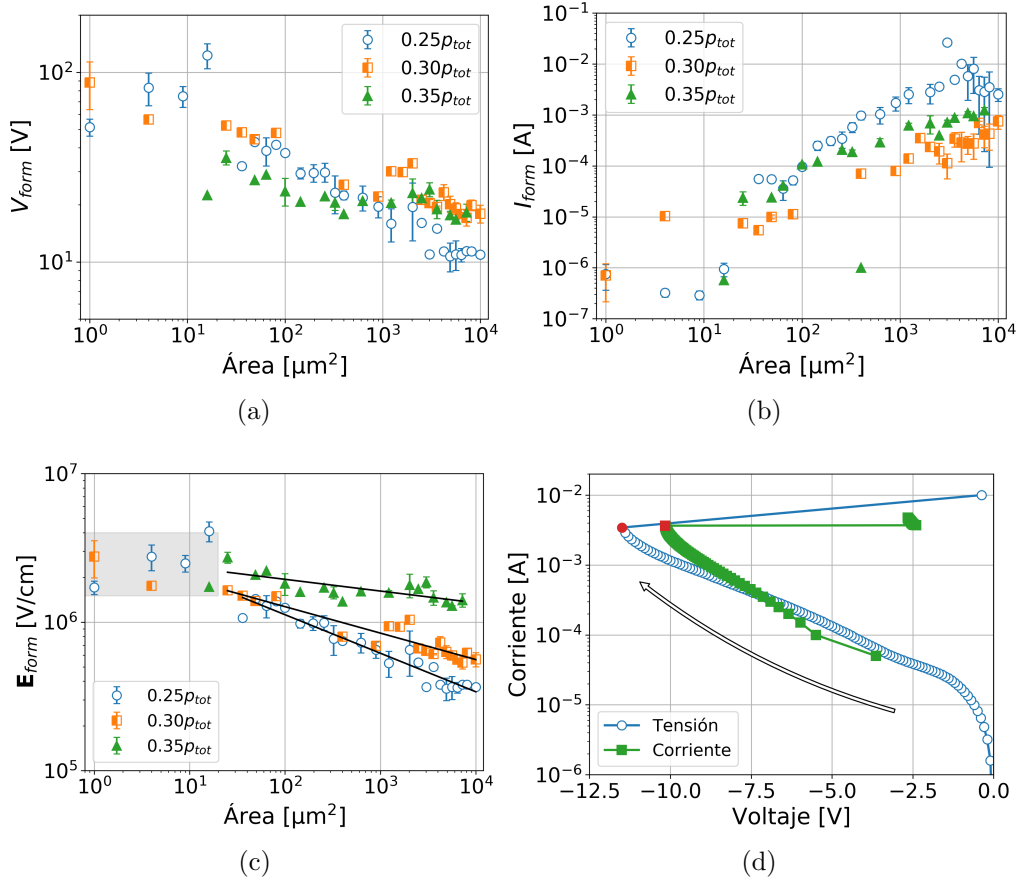


Figura 6.13: Curvas de electroformado en función del área para dispositivos *cross-point* con las tres presiones parciales de oxígeno utilizadas. (a) Tensión de electroformado. (b) Corriente de electroformado. (c) Campo eléctrico necesario para electroformar al dispositivo. Coeficientes de correlación lineal de los ajustes (líneas sólidas negras) $R_{0.25}^2 = 0.94$, $R_{0.30}^2 = 0.87$ y $R_{0.35}^2 = 0.56$. La Tabla 6.1 contiene los parámetros devueltos por el ajuste. En todos los casos, las barras de error representan la desviación estándar del conjunto de datos para esa área. La ausencia de barras de error implica que no se tiene estadística para esa área. (d) Curvas de electroformado para un dispositivo de $0.25p_{tot}$ de presión parcial de oxígeno y área $45 \times 45 \mu\text{m}^2$. Los puntos rojos en las curvas indican V_{form} e I_{form} .

Se electroformaron 257 dispositivos de las tres muestras con diferentes presiones parciales de oxígeno y para diferentes áreas. A modo de ejemplo,

en la Figura 6.13d se muestran dos curvas de electroformado representativas para un dispositivo de $p(\text{O}_2) = 0.25p_{\text{tot}}$ y un área de $45 \times 45 \mu\text{m}^2$. Cada punto rojo previo al salto de tensión define a $(V_{\text{form}}, I_{\text{form}})$ en cada curva. Cada una de las curvas obtenidas fue analizada para determinar si el electroformado conseguía reducir la resistencia o producía otro efecto indeseado. Aproximadamente el 10 % de los casos, observamos que el dispositivo fue llevado a un estado de mayor resistencia que la prístina. Una inspección óptica reveló la destrucción total del dispositivo, probablemente causada por la liberación de potencia descontrolada en algún punto débil de la estructura, por ejemplo, redeposición de material del *ion-milling* en los laterales del micropilar o la presencia de un defecto en la alúmina lindante al micropilar. El 90 % de las curvas (229 dispositivos) dieron lugar a los gráficos de la Figura 6.13. Para las áreas en las que electroformamos más de un dispositivo, registramos V_{form} e I_{form} para cada uno de ellos y, luego, calculamos el valor medio y la desviación estándar del conjunto de datos. En la Figura 6.13a mostramos cómo varía la tensión de electroformado, V_{form} , con respecto al área y en la Figura 6.13b cómo lo hace la corriente medida I_{form} . Los datos están discriminados según la presión relativa de oxígeno utilizada durante el depósito del óxido de titanio. Como representación de la dispersión, usamos las desviaciones estándar calculadas y las graficamos como barras de error.

La primera observación que podemos hacer es la relación entre la tensión de electroformado y el área. Una dependencia similar se aprecia en la corriente de electroformado. A medida que disminuimos el área, la que tensión de electroformado necesaria para inicializar el dispositivo aumenta. En escala log-log esta relación parece lineal sugiriendo una ley de potencias. Sin embargo, debido a las diferencias de espesores entre las tres muestras, el valor de la tensión de electroformado no es representativo del material (TiO_2) sino de cada muestra en particular. Normalizando por el espesor, nos independizamos de la muestra y obtenemos el campo eléctrico de electroformado para el dióxido de titanio depositado a diferentes presiones parciales de oxígeno. En la Figura 6.13c graficamos esta nueva variable.

El gráfico nos permite ver cómo se diferencian las muestras para una misma área. Por ejemplo, enfocándonos en la región de áreas grandes, digamos

$10^4 \mu\text{m}^2$, la diferencia se percibe a simple vista: a menor presión parcial de oxígeno, menor campo eléctrico se requiere para producir la ruptura suave del óxido. Esto se explica por la concentración de defectos por unidad de volumen. Es decir, la disminución de la relación atómica de oxígeno/titanio en el film de TiO_2 es proporcional a la reducción de $p(\text{O}_2)$, lo que ocasiona un aumento en la cantidad de vacancias de oxígeno e intersticiales de titanio (menor estequiometría).

Para cuantificar esta observación realizamos una regresión lineal por cuadrados mínimos de las variables linealizadas. Los ajustes lineales en escala log-log representan una ley de potencias de la forma $\mathbf{E} = \mathbf{E}_0(A_0/A)^\eta$. Excluiremos la región de áreas $<20 \mu\text{m}^2$ debido a la baja densidad de puntos en el rango 1 a $20 \mu\text{m}^2$ y a la elevada dispersión que presentan (en términos absolutos). Los parámetros obtenidos se encuentran en la Tabla 6.1. Como parámetro de la bondad del ajuste usamos el coeficiente de correlación lineal obteniendo $R_{0.25}^2 = 0.94$, $R_{0.30}^2 = 0.87$ y $R_{0.35}^2 = 0.56$. La calidad de los ajustes es aceptable. El bajo coeficiente de correlación para 0.35 de presión relativa probablemente esté relacionado con la escasa cantidad de puntos (17) para un rango tan amplio de áreas.

Tabla 6.1: Parámetros de la relación del campo eléctrico necesario para el electroformado en función de las diferentes presiones parciales de oxígeno utilizadas, $\mathbf{E} = \mathbf{E}_0(A_0/A)^\eta$ con $A_0 = 1 \mu\text{m}^2$.

$p(\text{O}_2)/p_{\text{tot}}$	η	$\mathbf{E}_0 [10^6 \text{ V/cm}]$
0.25	0.26 ± 0.02	3.7 ± 0.4
0.30	0.18 ± 0.02	2.9 ± 0.4
0.35	0.08 ± 0.02	2.8 ± 0.4

La potencia η señala cuán sensibles son los dispositivos en relación al área. Analizando los resultados de los ajustes podemos decir que $\mathbf{E}_{\text{form}}$ cambia relativamente poco respecto del área ($\eta = 0.079$) para 0.35 de presión relativa. En otras palabras, a mayor presión parcial de oxígeno la probabilidad de encontrar defectos en función del área es prácticamente constante. El caso contrario sucede para 0.25 de presión relativa. La potencia $\eta = 0.26$ delata una fuerte dependencia con el área. Para áreas grandes, la probabilidad de encontrar defectos es tan alta que el campo necesario para electroformar el

dispositivo resulta muy bajo. Al disminuir el área, menos defectos existen por unidad de área para disparar el evento de ruptura por lo que se requiere un campo eléctrico mayor para electroformar los dispositivos.

Para áreas $< 20 \mu\text{m}^2$ nuestro análisis puede ser cualitativo. Proyectando la relación obtenida para cada una de las tres presiones parciales podemos advertir que se encontrarán en la región marcada con un rectángulo gris. Allí, podemos pensar que el campo necesario para electroformar a las celdas es independiente de la estequiometría del film. Al reducir el área lo suficiente, estamos abarcando una región del óxido tan reducida que la cantidad de defectos que inducimos con cada $p(\text{O}_2)$ utilizada aquí es similar. Es decir, para áreas pequeñas los óxidos depositados se comportan de manera similar.

Esta hipótesis explicaría también la gran dispersión que posee los puntos en este rango ya que existiría una probabilidad no nula de encontrar una cantidad de defectos crítica que permita electroformar la celda con un campo relativamente bajo. De todas formas, esta suposición debe ser puesta a prueba aumentando la densidad de puntos medidos para este rango de áreas.

A pesar de que el electroformado es un fenómeno atractivo desde el punto de vista físico y es un punto crítico desde en vista a la aplicación de esta tecnología, no hemos encontrado bibliografía para comparar estos resultados. Sí podemos mencionar que Chen y colaboradores muestran una dependencia con el área en multicapas ultradelgadas de $\text{TiN}/\text{Ti}/\text{HfO}_x/\text{TiN}$ en [108]. También, Yanigada *et al.* presentan en [109] los efectos de la reducción (escalabilidad) de diferentes sistemas $\text{Pt}/\text{ox}/\text{Pt}$ con $\text{ox} = \text{NiO}_x$, CoO_x y TiO_2 . Su método de fabricación consiste en tres pasos de *lift-off* donde el óxido es depositado por PLD con atmósfera de oxígeno. Todas las estructuras obtenidas son policristalinas como sugieren las imágenes de difracción de electrones por TEM presentadas en la información suplementaria del artículo. Aunque no reportan un ajuste de los datos, el campo eléctrico de electroformado de TiO_2 reportado por Yanigada parece variar poco en un amplio rango de áreas similar al explorado en este trabajo de Tesis. La similitud de sus datos con los dispositivos de $p(\text{O}_2)/p_{\text{tot}} = 0.35$ es notable. El campo eléctrico reportado toma valores notablemente iguales a los obtenidos aquí, es decir, $\sim 10^6 \text{ V/cm}$.

También fue posible extraer la relación existente entre $\mathbf{E}_{\text{form}}$ y la tempe-

ratura. Realizamos el mismo proceso de electroformado en varias celdas para la muestra de mayor concentración de vacancias (menor presión parcial de oxígeno) variando la temperatura entre ambiente (25 °C) y 130 °C con pasos de 30 °C. El experimento fue realizado con una rampa continua de tensión sin limitación de corriente sobre dispositivos con áreas de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ y $90 \times 90 \mu\text{m}^2$. Las curvas pueden apreciarse en la Figura 6.14b. Analizando los resultados podemos extraer información sobre el tiempo que insume el proceso de generación del filamento, t_{form} , y E_{form} en dicho momento⁶.

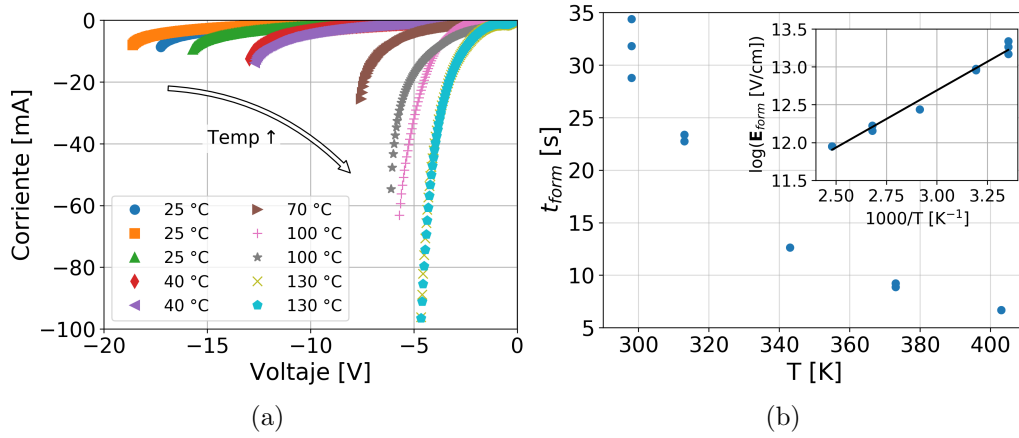


Figura 6.14: Curvas de electroformado en función de la temperatura dispositivos *cross-point* con $p(\text{O}_2) = 0.25p_{\text{tot}}$. Dispositivos de área $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ y $90 \times 90 \mu\text{m}^2$. (a) Curvas I - V . Se aprecia el corrimiento de V_{form} a medida que aumenta la temperatura. (b) Tiempo de electroformado en función de la temperatura. Inset: ajuste lineal de la ley de Arrhenius del campo de electroformado en función de la inversa de la temperatura.

En la Figura 6.14a podemos ver que a medida que aumentamos la temperatura, el dispositivo se forma en menor tiempo. Esto está íntimamente relacionado con la dependencia en temperatura de la movilidad de las vacancias de oxígeno. Según Waser [6], la movilidad de las vacancias se puede escribir como $\mu_{\text{OV}} = \frac{2e}{k_B T} D_0 \exp\left(-\frac{W_D}{k_B T}\right)$, donde e es la carga del electrón, D_0 es la constante de difusión de las vacancias en el óxido y W_D es su energía de activación. Un aumento de temperatura desde 25 a 130 °C produce un cambio de 3 órdenes de magnitud en la movilidad si consideramos que la energía de activación de difusión de OV en TiO_2 es $W_D \sim 0.9 \text{ eV}$ [110]. En

⁶Debido a la similitud de áreas no discriminamos los datos.

consecuencia, en presencia de un campo eléctrico, a $T > T_{\text{amb}}$, intenso las vacancias tendrán mayor movilidad y podrán concentrarse fácilmente para formar el filamento en la matriz del óxido.

Luego, encontramos que podemos expresar al campo de electroformado en función de la temperatura como una ley de Arrhenius, i.e. $\mathbf{E}_{\text{form}} = \mathbf{E}_{10000} \exp(E_{\text{form}}/k_B T)$, donde E_{form} es una energía que caracteriza al proceso de electroformado y $\mathbf{E}_{10000}$ es el campo de electroformado a temperatura ambiente para un área de $10^4 \mu\text{m}^2$. En la Figura 6.14a podemos ver la relación linealizada entre $\mathbf{E}_{\text{form}}$ y T . El ajuste lineal arroja una energía de electroformado $E_{\text{form}} = (0.130 \pm 0.004) \text{ eV}$. No hemos podido contrastar este resultado con la bibliografía. La comparación con las otras muestras con presiones parciales de oxígeno podría aportar más detalles sobre la dinámica de las vacancias durante el electroformado. Además, obtuvimos un campo eléctrico $\mathbf{E}_{10000} = (3484 \pm 481) \text{ V/cm}$. El coeficiente de correlación del ajuste es $R^2 = 0.99$. Este resultado sugiere que si $T \rightarrow 0$, $\mathbf{E}_{\text{form}} \rightarrow \infty$ sugiriendo que resulta imposible mover las vacancias para inicializar el dispositivo. En el otro extremo, al aumentar la temperatura conseguimos disminuir $\mathbf{E}_{\text{form}}$ (y V_{form}) facilitando el proceso para films gruesos o áreas pequeñas. Debemos considerar que modificaciones en la estructura del material suceden a temperaturas elevadas. Por ejemplo, por encima de los 400°C el film de TiO_2 comenzará a manifestar una estructura cristalina tipo anatasa o podremos observar la migración del Au a las capas lindantes.

Como última observación de este experimento, vale mencionar que a mayor temperatura, mayor corriente sobre el dispositivo, esto está relacionado con la dependencia de la conductividad del óxido con la temperatura.

Como explicamos en el Capítulo anterior, durante el proceso de electroformado se acumulan vacancias y se desplaza el oxígeno débilmente ligado a la matriz del óxido de tal forma que se llega a producir oxígeno gaseoso según la Ecuación 5.1. Este fenómeno se manifestaba en la generación de burbujas observadas mediante un microscopio óptico en la Figura 5.14.

El nuevo sistema $\text{Ti}/\text{TiO}_2/\text{Al}$ se comporta de manera similar al $\text{Au}/\text{TiO}_2/\text{Al}$ con la diferencia de que la arquitectura del dispositivo impide que la liberación del $\text{O}_2(\text{g})$ “viaje” por la interfaz Au/TiO_2 (recordemos el video en

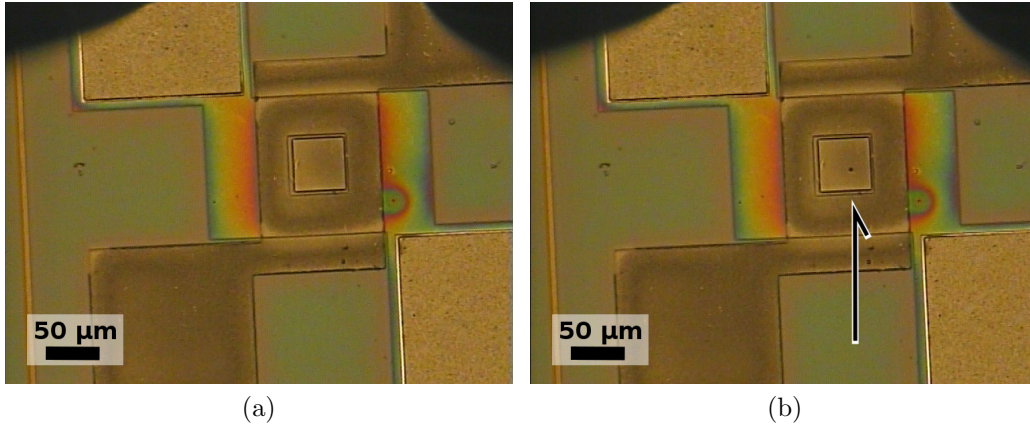


Figura 6.15: Imágenes de un dispositivo antes y después del electroformado. La flecha indica la deformación producida por una burbuja de oxígeno durante el electroformado. Dispositivo fabricado con una presión parcial de oxígeno de $0.25p_{\text{tot}}$. Proceso de electroformado controlando corriente.

<https://goo.gl/m6WJcD>). Con los micropilares rodeados de alúmina, las burbujas quedan atrapadas, manifestándose como protuberancias en la superficie. Una imagen de microscopio óptico nos permite ubicar a la protuberancia mediante el cambio en la reflexión de la luz en la superficie, Figura 6.15. Para observar su interior y determinar el estado estructural del dispositivo recurrimos a las técnicas de microscopía AFM y FIB-SEM. En la Figura 6.16 mostramos la imagen adquirida por AFM. Estudiando la topografía de la muestra podemos obtener varios perfiles de altura sobre la deformación. Las dimensiones promedio resultan 160 nm de altura con un diámetro de $2.5 \mu\text{m}$ aproximadamente. Esto nos da un área aproximada de $5 \mu\text{m}^2$ para un dispositivo de $50 \times 50 \mu\text{m}^2$. Estos valores indican que la cobertura del área por parte de las burbujas es $<1\%$ del área total del dispositivo. Ghenzi, en [14], estudia la cantidad de burbujas generadas en la superficie en función de la corriente de complianza durante el electroformado. Teniendo en cuenta que el dispositivo fue formado a -4 mA , el área relativa predicha por la relación en muestras *cross-bar* es alrededor del 8% por lo que nuestro resultado está por debajo de lo esperado.

Con el objetivo de observar las modificaciones producidas durante el proceso de electroformado, realizamos un corte transversal mediante FIB. En la

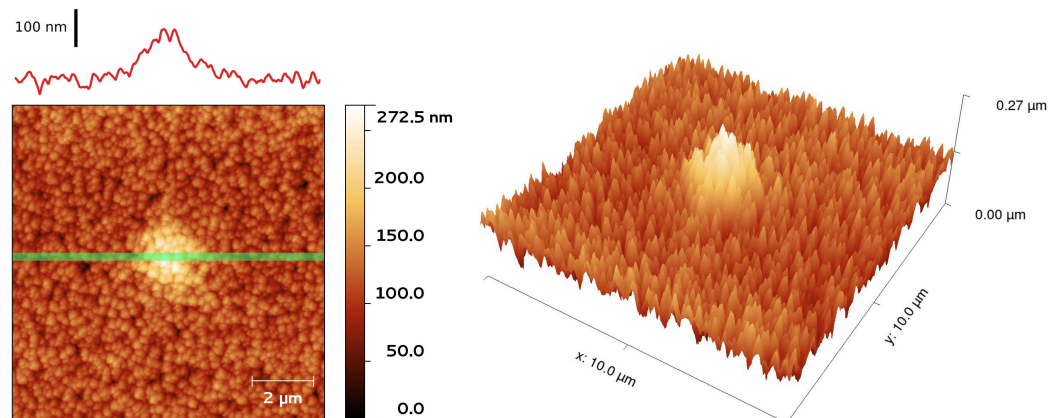


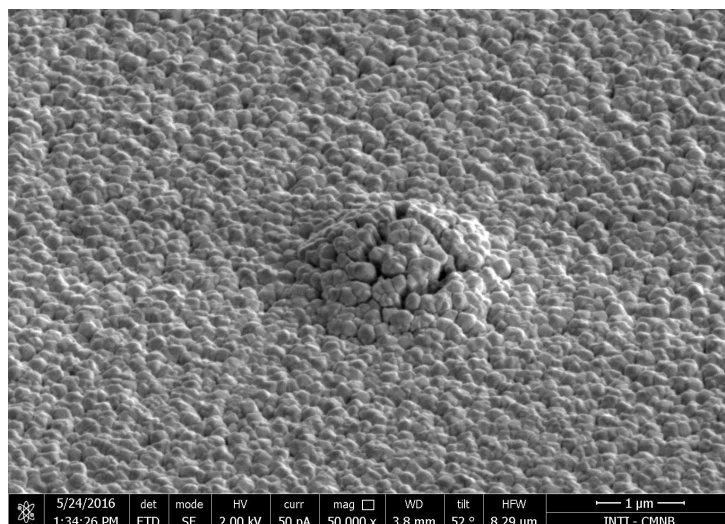
Figura 6.16: Imagen de AFM de la vía que contacta al electrodo superior después del electroformado. Observando el perfil de intensidades sobre la deformación, se puede estimar aproximadamente que la burbuja de oxígeno posee 160 nm altura.

Figura 6.17 se muestra una imagen SEM del electrodo superior donde podemos apreciar en detalle la misma protuberancia. A fin de proteger la región de la erosión de los iones de galio del FIB, fue necesario depositar mayor cantidad de platino que lo usual.

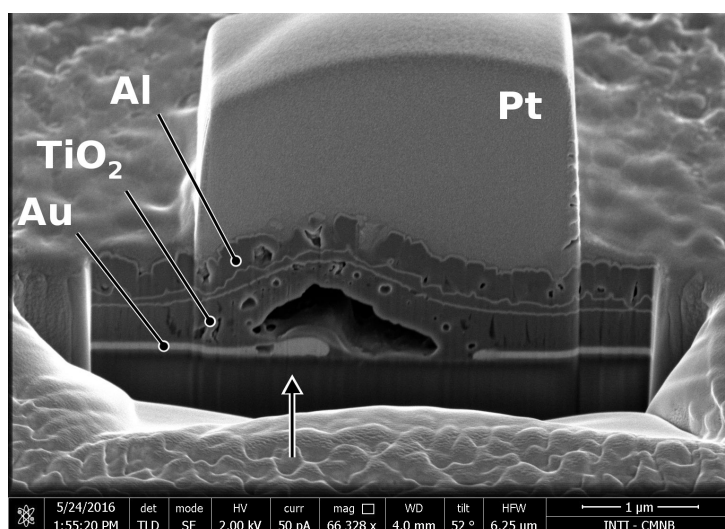
En la Figura 6.17b mostramos el interior de la burbuja. En primer lugar, lo que se observa es una cavidad en el dispositivo de ausencia de material. La generación de oxígeno gaseoso produjo un exceso de presión que dañó la estructura del micropilar levantando toda la multicapa desde el electrodo inferior hacia el electrodo superior. Sobre dicha cavidad, en el film de TiO_2 se observan más cavidades de menor tamaño posiblemente también generadas por el desplazamiento y concentración de oxígeno que no llegó a acumularse en el volumen mayor y quedó alojado en la matriz del óxido luego de que se produzca la ruptura del dispositivo. En segundo lugar, observamos que el oro debajo del BE de Ti parece haberse contraído, concentrándose en la parte inferior izquierda de la burbuja indicada con la flecha vertical. Esto puede haber sido ocasionado por un incremento en la temperatura por la densidad corriente local elevada (efecto Joule) favoreciendo a la electromigración del electrodo [111].

Tanto en la imagen de AFM como la de SEM es posible apreciar la rugosidad elevada del depósito de aluminio de la vía y electrodo de contacto. Esto no debe sorprender ya que esos metales están lejos de ser los que gene-

ran la interfaz con el dióxido de titanio sino, simplemente, la vía. En cuanto a las dimensiones registradas por SEM, medimos 200 nm de altura y 1 μm de ancho. Estos valores son comparables a los obtenidos mediante AFM. La sutil diferencia radica en que por AFM medimos la topografía (superficial) que produce un objeto que se encuentra en profundidad.



(a)



(b)

Figura 6.17: Imagen SEM de la vía que contacta al electrodo superior después del electroformado. La cavidad producida por la burbuja de oxígeno tiene 200 nm altura y un ancho de 1 μm aproximadamente.

6.3.2. Conmutación y conducción eléctrica

Los dispositivos fabricados exhiben conmutación bipolar con el proceso de SET en el primer cuadrante y el RESET en el tercero, igual que las muestras *cross-bar*. El hecho de que el electrodo inferior ahora sea Ti no tuvo impacto en este aspecto. En la Figura 6.18 mostramos la respuesta I - V de un dispositivo de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ y fabricado con una presión relativa de oxígeno de 0.25. El dispositivo fue electroformado (inset de la Figura 6.18a) y luego ciclado 128 veces aplicando tensión en el proceso de RESET e inyectando corriente en el proceso de SET. Este control está inspirado en la reducción de potencia entregada al dispositivo en el momento de la conmutación. Brevemente, mientras controlemos tensión, la potencia entregada la podemos calcular como $P = V^2/R$. Si el dispositivo se encuentra en el estado HR y se produce el SET, tendremos un aumento de la potencia. En cambio, si controlamos la corriente inyectada, la potencia la podemos escribir como $P = I^2R$. Al conmutar del estado HR al LR, la potencia disipada sobre el dispositivo disminuirá. Lo análogo ocurre para el proceso de RESET donde al controlar corriente entregaremos mayor potencia por lo que es preferible controlar tensión.

Este tipo de control permite observar la dinámica eléctrica de formación de filamentos en la curva I - V . Analizando la curva de SET podemos ver la reducción de la resistencia a partir de los pequeños cambios que observamos en la caída de potencial. La Figura 6.18b contiene tres ciclos representativos de esta dinámica en escala lineal. Analizando el ciclo 33, podemos ver los puntos donde se produce la disminución escalonada de la resistencia del dispositivo. Las flechas negras señalan estos puntos. Al controlar corriente, la generación del filamento de vacancias no es descontrolada. Por el contrario, la corriente que circula por el filamento es similar a la que circulaba cuando se produjo su conexión. La tensión sobre el dispositivo estará determinada por su resistencia y el paralelo con el resto del óxido. Si el filamento de TiO_{2-x} posee una resistencia no muy baja, por ejemplo por sus dimensiones reducidas, el campo eléctrico aplicado aún será suficiente para generar nuevos filamentos en la superficie del dispositivo. De esta forma, tendremos un conjunto de resistencias en paralelo que reducirán aún más la resistencia total

del dispositivo. Luego, durante el RESET, cada uno de estos canales activos es desconectado.

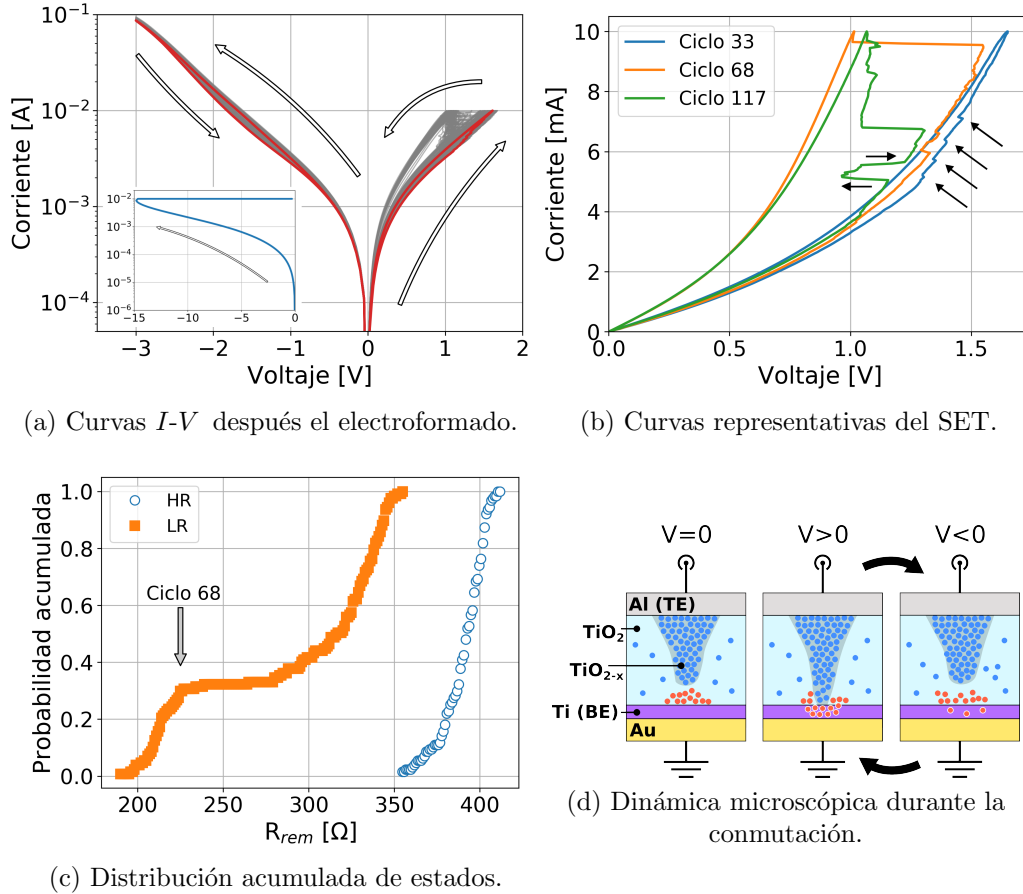


Figura 6.18: Comportamiento característico de un dispositivo Ti/TiO₂(300 nm)/Al de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ de área durante la conmutación. (a) 128 ciclos de conmutación luego del electroformado (inset). Resaltamos la primera curva I - V (roja) por sobre las siguientes (grises). (b) Tres curvas de SET representativas. Las flechas negras marcan los instantes donde escalonadamente se reduce la resistencia a partir de la conexión de nanofilamentos. (c) Distribución acumulada de estado HR y LR. (d) Esquema del movimiento de iones de oxígeno y OV durante la conmutación. OV: círculos abiertos azules. OI: círculos sólidos rojos.

Eventualmente, luego de varios ciclos, si la excursión de corriente no es ajustada en forma precisa, la densidad filamentos se vuelve elevada y la coalescencia se vuelve probable. Así, se produce una abrupta disminución de la resistencia (ciclo 68). Esto causa un filamento de dimensiones mayores que resulta más difícil de controlar durante el proceso de RESET. Debido a

esto, en los siguientes ciclos, las OV tenderán a acumularse en el filamento predominante (ciclo 117) y los valores de la curva I - V estarán definidos por este filamento.

En algunos casos como el ciclo 117, hemos observado la disminución y aumento de la resistencia en un mismo proceso de SET imitando a un mecanismo de RS unipolar. Esto lo hemos asociado a la conexión y desconexión de un conjunto de filamentos por efecto Joule similar al mecanismo de un fusible (flechas negras horizontales).

La distribución de estados del dispositivo se muestra en la Figura 6.18c. Allí podemos ver que luego del ciclo 68, cuando se produce la mayor disminución de resistencia de los 128 ciclos, la probabilidad de las resistencias remanentes medidas a 100 mV se aproximan.

A partir de las observaciones por TEM y en analogía al apilamiento de los dispositivos *cross-bar*, podemos elaborar el esquema de la Figura 6.18d para representar a la dinámica microscópica del dispositivo. Ahora, el electrodo inferior de Ti puede oxidarse y almacenar oxígeno evitando la producción de $O_2(g)$ en la interfaz. La oxidación ocurre localmente, en las cercanías del filamento de vacancias donde el campo es intenso y se puede dar la reacción. Zhong *et al.* en [89] advierte sobre la oxidación sobre metales de baja electro-negatividad ($\chi_{Ti} = 1.54$ vs. $\chi_{Au} = 2.54$ (noble)) que la oxidación del electrodo puede dar lugar a nuevas vacancias debido a la reducción de especies TiO_x . Debido al valor de la función trabajo del Ti ($\phi_{Ti} \simeq 4.5$ eV [112]) podemos esperar que exista una barrera Schottky entre el n- TiO_2 y el electrodo de Ti. Sin embargo, como consecuencia de la oxidación, la interfaz Ti/ TiO_2 se volvería óhmica debido al colapso de la barrera Schottky.

Esta observación la podemos corroborar analizando el exponente γ de los primeros 68 ciclos, al igual que hicimos con las muestras *cross-bar*. En la Figura 6.19a podemos apreciar las curvas para las cuatro excursiones. Nuevamente, haciendo la comparación con los casos puros (Figura 5.18a), podemos enunciar que el exponente γ indica un mecanismo óhmico a bajas tensiones para las cuatro excursiones. Es decir, el sistema no discrimina polaridad y el exponente se acerca a 1 a medida que reducimos la tensión. Luego, aumentando la tensión más allá de $0.5 V^{1/2}$ (250 mV), las curvas exhiben un

mecanismo creciente. Vemos que para el estado LRS a tensión negativa (IV), existe una sutil diferencia alrededor de $1 \text{ V}^{1/2}$ (mayor concavidad). Esto puede estar asociado un mecanismo de conducción de *bulk* similar al observado en el sistema Au/TiO₂/Al. Por último, tanto la rama II como la IV presentan concavidades negativas para tensiones mayores a $1.5 \text{ V}^{1/2}$. Esta característica es una manifestación común en sistemas donde tenemos Ohm + SCLC u Ohm + PF [85].

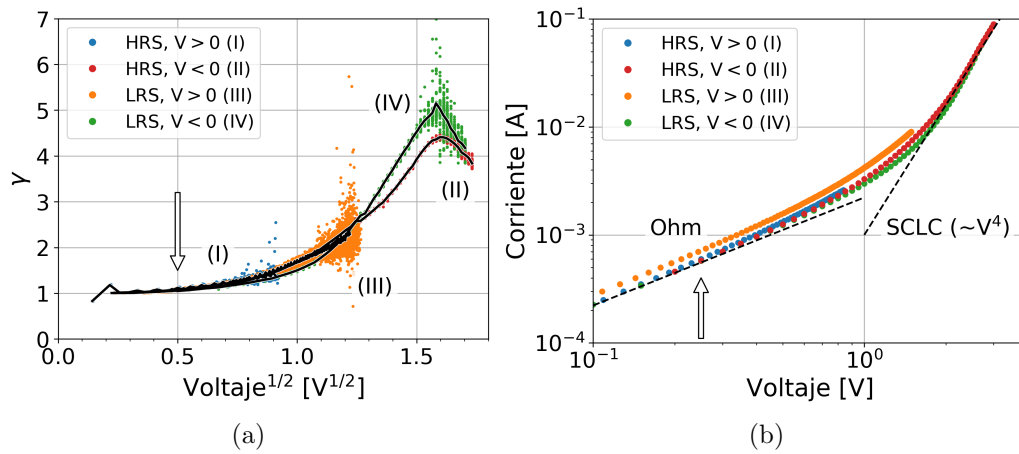


Figura 6.19: Mecanismos de conducción del sistema Ti/TiO₂/Al para un dispositivo de presión parcial de oxígeno $0.25p_{\text{tot}}$. Mismo dispositivo de la Figura 6.18. (a) Representación γ para las cuatro excursiones. Curvas obtenidas a partir de 68 ciclos de conmutación. La flecha blanca señala la activación del otro mecanismo propuesto (250 mV). (b) Curva I - V en escala log-log para las cuatro excursiones. Se grafican los mecanismos de conducción óhmico con una $R \sim 450 \Omega$ y una ley V^4 .

A partir de la observación de la curva I - V en escala log-log (Figura 6.19b) podemos ver que la interpretación del exponente γ es correcta: el mecanismo es óhmico por debajo de los 250 mV (flecha blanca). Luego, comienza a aparecer el otro mecanismo que a tensiones más altas se puede ajustar con $I \propto V^4$, que podemos asociarlo al límite de trampas llenas de SCLC. En definitiva, la hipótesis sobre SCLC sigue vigente con este resultado aunque no se descarta la emisión de Poole-Frenkel ya que la observación de un gráfico $\log(I)$ vs. $\sqrt{V}$ (no mostrado aquí) sugiere que no puede ser excluido. Al mismo tiempo, para bajas tensiones, ambos mecanismos se reducen a una expresión similar a la conducción óhmica. En resumen, el dispositivo presenta

un mecanismo de conducción de *bulk*. El circuito equivalente resulta sencillo al imaginar las dos interfaces como elementos óhmicos que son intercalados por el elemento no-lineal que representa al mecanismo del óxido. La conmutación de resistencia corresponderá a un cambio en la resistencia de la interfaz con el BE.

Sabiendo que el sistema resulta óhmico a bajas tensiones y que su conducción está gobernada por mecanismos de *bulk*, estudiamos el impacto de la presión parcial de oxígeno en la conducción de los estados HRS y LRS. Debido a que para semiconductores la conductividad depende de la densidad de los portadores de carga y esta a su vez depende de la temperatura (Tabla 2.1), si calentamos o enfriamos la muestra podemos medir de forma indirecta la energía de activación de los electrones en el TiO_2 , es decir, $\sigma = \sigma_0 \exp(-E_a/k_B T)$.

Para determinar esta energía de activación, realizamos una excursión en la región óhmica de la curva I - V , esto es -100 a 100 mV, con una rampa de tensión continua utilizando la configuración 4t de la Figura 6.11 mientras variamos la temperatura desde 25 °C a 190 °C con pasos de 30 °C.

En la Figura 6.20 mostramos el logaritmo de la conductividad en función de la inversa de la temperatura. Como podemos apreciar, al aumentar la temperatura, la conductividad del dispositivo también aumenta, exhibiendo su carácter semiconductor. Realizando un ajuste lineal por cuadrados mínimos en cada curva es posible obtener la energía de activación del mecanismo óhmico a partir de la pendiente de la recta. A fin de conseguir un valor representativo de la energía y no una fluctuación estadística medimos la respuesta en temperatura de varios dispositivos. En la Figura 6.20b presentamos la energía de activación promedio en función de la presión parcial de oxígeno. Para calcular el promedio utilizamos como ponderación el error de la pendiente devuelta por cuadrados mínimos. En el inset de Figura se muestran todos los datos obtenidos para $p(\text{O}_2) = 0.25p_{\text{tot}}$ sin promediar.

Los resultados obtenidos están en concordancia con los mecanismos que venimos desarrollando. Cuando el dispositivo se encuentra operando entre sus estados HR y LR, la conducción se da principalmente a través del filamento de vacancias y la región de la interfaz con el titanio. De esta forma,

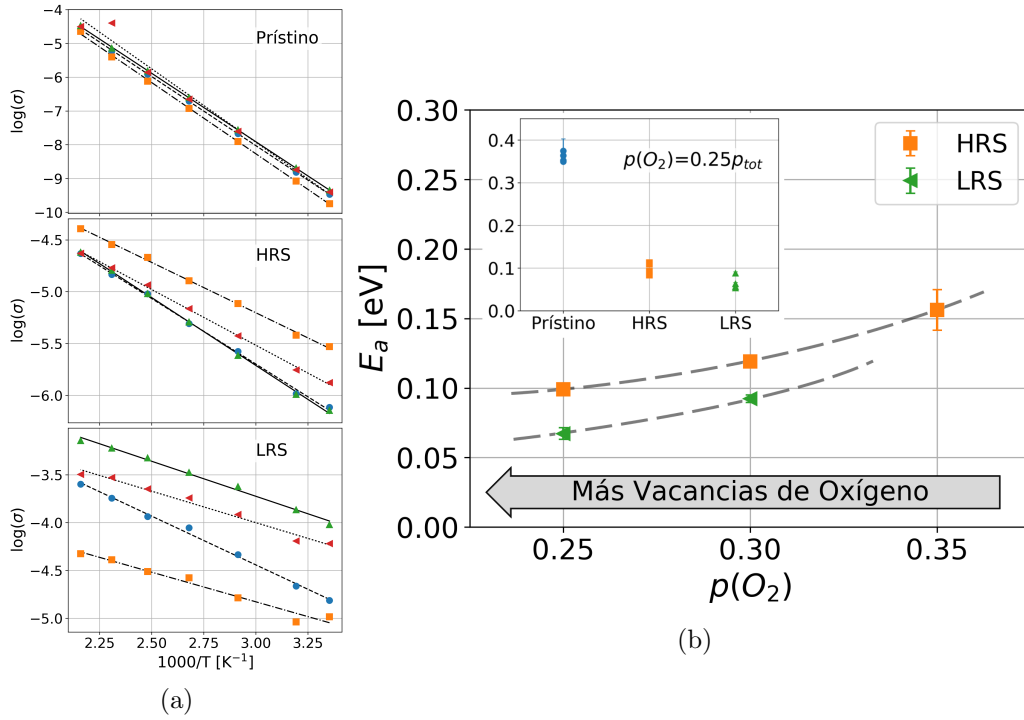


Figura 6.20: Obtención de energía de activación a partir de la conductividad de los dispositivos. (a) Logaritmo de la conductividad en función de la inversa de la temperatura para varios dispositivos. A mayor temperatura, mayor conductividad (o menor resistencia). (b) Energía de activación en función de la presión parcial de oxígeno para los estados HRS y LRS del sistema Ti/TiO₂/Al. Inset: energías de activación de los tres estados para dispositivos basados en TiO₂ fabricado con $p(O_2) = 0.25p_{tot}$. Cantidad de datos usados por punto: $N_{0.25} = 4$, $N_{0.30} = 5$ y $N_{0.35} = 2$. Las curvas rayadas grises en (b) fueron colocadas para guiar al ojo.

la resistencia del *bulk* está determinada por el subóxido TiO_{2-x}. Como todo semiconductor entre su banda de valencia y conducción encontramos un *band gap* que estará más o menos poblado de estados intermedios según el dopaje local (vacancias e intersticiales). De esta forma, cuantas más vacancias logremos concentrar en el filamento, más estados produciremos en el *band gap*, haciendo que la energía que deben adquirir los electrones para pasar a la banda de conducción sea menor. En la Figura 6.20b, podemos apreciar esto. A presión relativa de oxígeno constante, la diferencia entre los estados HR y LR radica en la densidad de OV en el filamento. En el HR el filamento posee dimensiones reducidas gracias al desplazamiento de vacancias y recombinación con iones de oxígeno durante el RESET. El caso contrario sucede en el

LR. Así, la energía de activación del HR es mayor a la del LR.

Luego, comparando cada estado entre las diferentes presiones parciales de oxígeno, la cantidad de defectos (dopaje) es menor a medida que aumentamos $p(\text{O}_2)$. En consecuencia, tendremos disponible menos OV para poblar el *band gap* haciendo que ambas energías de activación sean más elevadas. Esto último también es reportado por Ju y colaboradores en [113]. En el artículo, los autores realizan una serie de depósitos de dióxido de titanio por *sputtering* reactivo con $p(\text{O}_2)/p_{\text{tot}}$ entre 0.025 y 0.10, complementando nuestro rango. Como resultado obtienen que menor presión parcial de oxígeno produce menor resistividad o, lo que es lo mismo en el caso de un semiconductor, mayor concentración de portadores de carga (mayor dopaje del tipo donador).

Por otro lado, en el estado prístino de $0.25p_{\text{tot}}$, el dispositivo se encuentra sin electroformar y podemos pensar que los defectos están distribuidos en todo el *bulk* y no concentrados en la estructura filamentaria. Esto causa que la energía de activación sea aún mayor que en el HRS (inset de la Figura 6.20b). Podemos cotejar el valor obtenido con una muestra policristalina caracterizada eléctricamente mediante un experimento similar realizado por Madhusudan *et al.* en [114] donde reportan un valor de ~ 0.495 eV.

Por último, no hemos podido determinar la energía de activación del estado LR para la presión relativa 0.35 debido a que observamos un cambio en la tendencia para temperaturas mayores a 100 °C. Nuestra hipótesis es que, debido a la alta concentración de OV localizada espacialmente en el filamento, al aumentar la temperatura en el estado LR activamos térmicamente la difusión de las vacancias a través del óxido. En consecuencia, el filamento se vuelve inestable y, con el tiempo, se pierde el estado resistivo.

Características C - V

Las mediciones de capacidad en función del voltaje nos permiten observar desde otra perspectiva la dinámica microscópica. Obtuvimos las curvas C - V aplicando una rampa de tensión desde 1 a -1 V con pasos 100 mV, aplicando un estímulo AC de 15 mV de amplitud y una frecuencia de 100 kHz. Para obtener la capacidad y la resistencia del dispositivo consideramos un modelo

RC paralelo. Es importante notar que tanto la curva $C(V)$ como $R(V)$ son dinámicas, es decir, no podemos hacer la analogía con la resistencia remanente del dispositivo. Los valores de $R(V)$ serán comparables a los que se obtienen derivando la curva $I-V$.

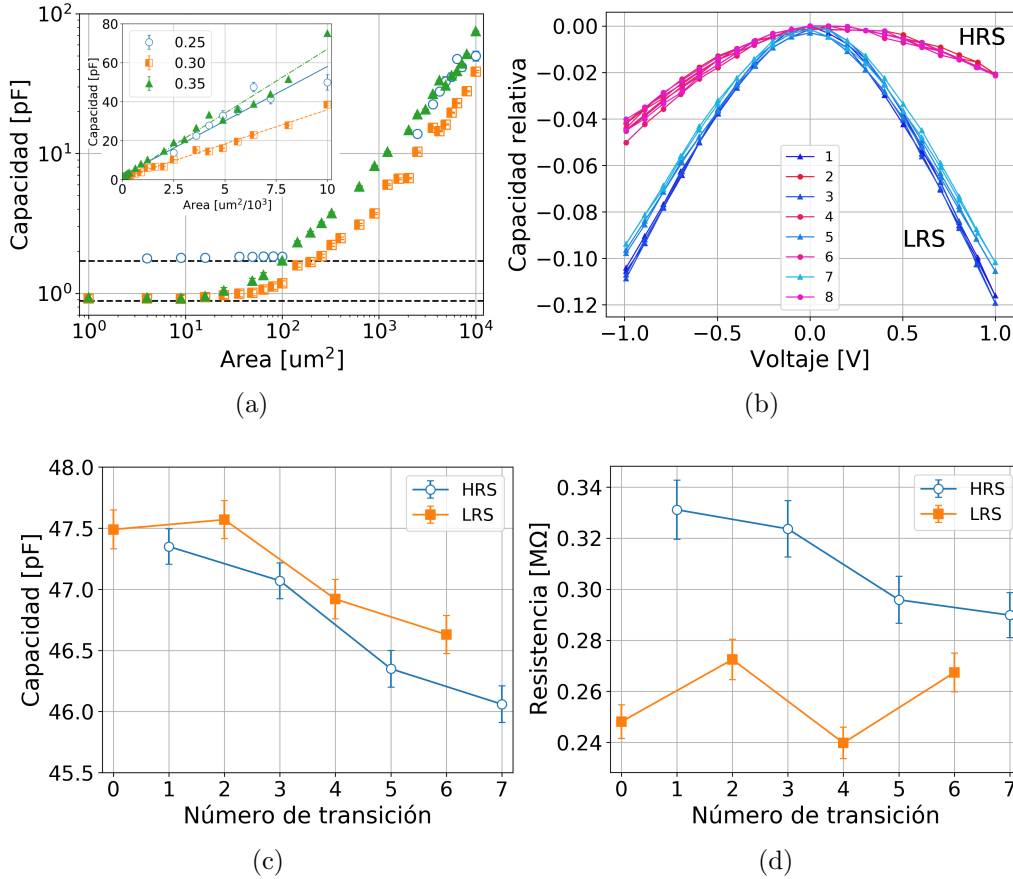


Figura 6.21: Capacidad y resistencia (en paralelo) en función del voltaje a bajas tensiones luego de cada ciclo. (a) Capacidad del estado prístino en función del área para las tres presiones parciales de oxígeno. Coeficientes de correlación de los ajustes lineales $R_{0.25}^2 = 0.96$, $R_{0.30}^2 = 0.99$ y $R_{0.35}^2 = 0.98$. (b) Curvas $C-V$ luego de cada ciclo de conmutación para una muestra de 0.35 de presión relativa de oxígeno y área $90 \times 90 \mu\text{m}^2$. (c) y (d) Evolución de la capacidad y la resistencia en función del número de ciclo, respectivamente.

En la Figura 6.21a se muestra la capacidad del dispositivo prístino en función del área para las diferentes familias de óxido de titanio fabricadas. En primer lugar, podemos observar que la capacidad total del dispositivo para áreas grandes mantiene una relación lineal con el área tal como es esperado.

Tabla 6.2: Permitividad dieléctrica del dispositivo prístino para las tres presiones parciales de oxígeno utilizadas.

$p(\text{O}_2)/p_{\text{tot}}$	ϵ_r
0.25	189 ± 11
0.30	127 ± 3
0.35	97 ± 6

Sin embargo, al reducir el área observamos que la capacidad tiende a un valor límite apreciable en escala log-log. Este límite está asociado a la presencia de una capacidad parásita proveniente de la alúmina que rodea al micropilar. Esta capacidad se encuentra en paralelo con nuestro dispositivo y predomina para áreas pequeñas mientras que para áreas mayores no es perceptible. A partir de los ajustes lineales podemos obtener la constante dieléctrica del óxido. Los resultados se encuentran en la Tabla 6.2. Los valores encontrados están en acuerdo con la bibliografía existente sobre TiO_2 [115, 116, 117]. Como podemos apreciar, al aumentar la presión parcial de oxígeno tenemos menor permitividad. Estos resultados no fueron analizados en detalle y queda pendiente su estudio.

Luego, estudiamos la capacidad que presentan los estados HR y LR. Realizamos 7 ciclos de conmutación sobre una muestra de $p(\text{O}_2) = 0.35p_{\text{tot}}$ y $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ de área. Luego de cada SET y de cada RESET, medimos la curva C - V con la configuración mencionada arriba. En la Figura 6.21b encontramos la capacidad relativa $C_{\text{rel}} = (C(V) - C(0))/C(0)$ en función de la tensión aplicada. Como podemos apreciar, las curvas C - V resultan no-lineales con una apariencia cuadrática característica de los dieléctricos de alto κ . El gráfico permite observar que los dos estados manifiestan respuestas diferentes frente a los estímulos en tensión (diferente concavidad). Los mecanismos asociados a este comportamiento no son comprendidos en su totalidad por la comunidad científica aunque existen modelos que relacionan la polarizabilidad del material con la respuesta cuadrática [118]. Las Figuras 6.21c y 6.21d muestran como evoluciona la capacidad dinámica y la resistencia dinámica medida a 0 V luego de cada SET y RESET. Una observación directa de los datos indica que la capacidad del LRS siempre es mayor a la que presenta el HRS. Esto podría corresponder a una contribución del filamento conductor

de TiO_{2-x} . En el LRS el filamento predominante que conecta ambos electrodos agrega una capacidad en paralelo al *bulk* que aumenta la capacidad total. En cambio, en el HRS el filamento no conecta a los electrodos y su capacidad se encuentra en serie con el TiO_2 que se ubica entre el BE y el extremo filamento haciendo que su contribución a la capacidad sea menor. De todas formas, esta idea es una simplificación que debemos verificar con una mayor cantidad de dispositivos y contrastar la suposición con los modelos existentes en la bibliografía.

6.4. Discusión

Con los resultados obtenidos en este Capítulo hemos entendido que la presión parcial de oxígeno tiene un impacto directo en la concentración de defectos de los films de dióxido de titanio. Variando $p(\text{O}_2)$ podemos controlar la tensión de electroformado para dispositivos de área grande, mayor a $20 \mu\text{m}^2$.

Pensando en aplicaciones de memoria donde se busca evitar el proceso de electroformado, el resultado obtenido conlleva a la necesidad de explorar otras variables de la fabricación para eliminarlo. La reducción del área del dispositivo a escala nanométrica hará que $\mathbf{E}_{\text{form}}$ sea del orden de 10^6 V/cm . En este caso, deberíamos explorar dispositivos ultradelgados de 5 nm de espesor, por ejemplo, o multicapas de diferentes estequiometrías [119].

Como trabajo a futuro para contrastar nuestra hipótesis, debemos enfocar el estudio en áreas menores a $20 \mu\text{m}^2$ utilizando técnicas como LDW o EBL para conseguir mayor densidad de puntos y encontrar efectivamente el límite propuesto. Para relacionar la presión parcial de oxígeno con la estequiometría del film, i.e. TiO_{2-x} con $x > 0$, es necesario recurrir a técnicas como espectroscopia de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) que permiten determinar los enlaces presentes en la muestra.

Respecto de la generación de burbujas podemos mencionar que el caso observado condujo a la destrucción del dispositivo y representa una debilidad en los dispositivos. El resultado obtenido indica que la cobertura de la

burbuja es menor que la predicha por la relación determinada para muestras *cross-bar*. Esto insinúa que conseguimos reducir la generación de burbujas. Relacionando esta observación con las imágenes de TEM, nos atrevemos a enunciar que la de oxidación del electrodo inferior aminoró la producción de $O_2(g)$, reduciendo la generación de burbujas. Esta hipótesis es concebida por la modificación de la apariencia del film Ti en la interfaz Ti/TiO₂ (Figura 6.10) aunque para confirmar esta observación debemos realizar una caracterización por EDS-TEM de la interfaz. La eliminación del proceso de liberación de oxígeno gaseoso es fundamental para la integración de este sistema en circuitos integrados. Es fundamental para ello, reducir el volumen por medio del área y el espesor.

Respecto de los mecanismos de conducción en el sistema Ti/TiO₂/Al debemos complementar nuestro modelo con una simulación del circuito equivalente para poner a prueba la hipótesis sobre los mecanismos propuestos a altas tensiones. Además, es posible relacionar las energías de activación obtenidos con el nivel de las trampas en SCLC o PF como han demostrado otros autores [120].

Capítulo 7

Conclusiones parciales

El primer sistema estudiado nos permitió comprender los mecanismos de conmutación y conducción subyacentes en TiO_2 cuando el electrodo inferior es Au. A partir de la observación de burbujas en las juntas, confirmamos el modelo de desplazamiento de vacancias y movimiento de iones de oxígeno. Sabiendo que la conmutación está gobernada por las vacancias de oxígeno determinamos un mecanismo de conducción de interfaz en serie con uno de volumen. Planteamos un circuito eléctrico equivalente a partir del análisis gráfico y las curvas I - V . Para poner a prueba el modelo propuesto esperamos realizar en un futuro simulaciones que permitan resolver las ecuaciones trascendentales que dan lugar a la respuesta I - V del circuito equivalente.

Detectamos que la variabilidad en las magnitudes que deseábamos estudiar en el sistema Au/ TiO_2 /Al estaban relacionadas con varios problemas de fabricación. La observación de las burbujas durante el electroformado y las rebabas que cortocircuitaban e intensificaban el campo eléctrico causaban un bajo rendimiento de la producción de fabricación que era reflejado, entre otras cosas, en las amplias variaciones de la resistencia prístina y la tensión de electroformado para una misma área.

Analizando las alternativas propuestas para mitigar estos desperfectos, decidimos modificar algunos de los procesos de fabricación. Optimizando las interfaces con el depósito continuo de la multicapa sin romper vacío conseguimos dispositivos que nos permitieron mejorar el rendimiento de producción.

Observamos una reducción en la cantidad de burbujas generadas a partir de la capacidad de oxidación del electrodo inferior pero aún debemos reducir el área y el espesor para eliminar completamente el proceso de liberación $O_2(g)$. Estas modificaciones no tuvieron impacto sobre el mecanismo de conmutación pero sí sobre el de conducción. Notamos que los dispositivos *cross-bar* manifestaban un comportamiento rectificante debido a la juntura Schottky entre el Au y el TiO_2 , mientras que los dispositivos *cross-point* resultaron tener junturas óhmicas.

Concluimos que las mejoras introducidas en el proceso de fabricación nos permitieron reducir la dispersión de los datos recabados revelando la relación existente entre parámetros eléctricos del dispositivo y su geometría o proceso de fabricación ($p(O_2)$). Por ejemplo, en comparación a las variaciones observadas para los dispositivos *cross-bar* donde teníamos los datos distribuidos a lo largo de todo el eje del voltaje, con las muestras *cross-point* la tensión de electroformado fluctúa menos en torno a su valor medio. Esta característica nos permitió calcular el campo eléctrico de electroformado y entrever su vínculo con el área para las diferentes presiones parciales de oxígeno utilizadas en la fabricación. Para completar la caracterización de las muestras y poder relacionar estos resultados con la estequiometría del film es preciso realizar mediciones de XPS.

Parte II

LabOSat: un controlador dedicado

Capítulo 8

Desarrollo del controlador

LabOSat nace con el espíritu de ensayar dispositivos electrónicos en ambientes hostiles. Está diseñada para caracterizar cualquier componente de dos o tres terminales. En este sentido, decimos que es una plataforma universal para realizar experimentos en ambientes como el espacio exterior, entornos de baja presión, baja temperatura o grandes dosis de radiación. LabOSat-01 es la primera versión de la plataforma. Puede estimular eléctricamente con barridos personalizados de voltaje o corriente a los dispositivos bajo prueba (DUTs) y, particularmente en el caso de celdas de memoria, puede ejecutar pruebas de tolerancia (*endurance*) para estudiar cómo las condiciones extremas degradan los dispositivos.

Su predecesor, MeMOSat-01, lanzado en junio de 2014, está en funcionamiento dentro del satélite BugSat-1¹, un microsatélite fabricado por la compañía argentina Satellogic [121] que se encuentra actualmente en una órbita de baja altitud (LEO) a aproximadamente 500 km. Actualmente, seis placas LabOSat-01 se encuentran a bordo de los satélites ÑuSat-1, 2, 3, 4 y 5² de la misma empresa.

El proyecto LabOSat surge de la fusión de equipos de investigación básica y aplicada. Apunta al desarrollo y perfeccionamiento de una plataforma portátil, configurable, de bajo costo y liviana para caracterizar dispositivos

¹También conocido como Tita.

²También conocidos como Fresco, Batata, Milanesat, Ada y Maryam.

electrónicos en entornos agresivos, particularmente en el espacio donde la radiación es una de las fuentes que pueden inducir variaciones en el comportamiento de los dispositivos de memoria. El proyecto se desarrolla en varias instituciones públicas argentinas como CNEA, INTI, UNSAM, UBA y CONICET con una participación de empresas argentinas como Satellogic, Ernesto Mayer y DISTRALTEC. En cuanto a nuestro grupo interdisciplinario, los aportes de Gabriel Sanca y Leandro Arcusín fueron esenciales para el desarrollo de la electrónica de control y fue fundamental la contribución de Fernando Gómez Marlasca quien desarrolló el firmware de LabOSat y MeMOSat. La colaboración de José Lipovetzky y Mariano García-Inza fue fundamental para la construcción del módulo de medición de dosis total ionizante.

8.1. Objetivo y diseño del sistema

El objetivo del controlador LabOSat es caracterizar dispositivos electrónicos con estímulos eléctricos similares a los que realizamos en estaciones de prueba con SMUs. Para ello diseñamos al controlador con una SMU que aplique tensión (corriente) mientras mide la corriente (tensión) que circula por el dispositivo. Es decir, el estímulo aplicado es calculado y, la respuesta del sistema bajo estudio es medida. También, diseñamos a LabOSat para que estimule con tensiones positivas y negativas sin necesidad de recurrir a una fuente de alimentación partida (Sección 8.4). Al mismo tiempo que ensayamos los dispositivos, el controlador debe sensar las condiciones del entorno donde opera para relacionar el comportamiento de los dispositivos con estas condiciones. Para ello, en el diseño de LabOSat se incorporaron subsistemas que miden la tensión de alimentación, la temperatura y la dosis acumulada ocasionada por radiación ionizante.

LabOSat comienza a desarrollarse en 2015 gracias a los avances y logros conseguidos con su predecesor, el controlador MeMOSat-01. En todas las fases de diseño desde 2013 a la fecha empleamos el software de simulación de circuitos LTspice de Linear Technology y fabricamos placas de ingeniería para evaluar diferentes topologías y circuitos.

Finalmente, queremos destacar que desde hace más de dos décadas el uso de componentes “tomados del estante” (COTS por *Commercial Off-The-Shelf*) es una estrategia confiable para el diseño y construcción de sistemas satelitales que operan en órbitas LEO [122, 123, 124]. LabOSat está diseñado íntegramente con componentes COTS. Esto hace que LabOSat también sea un controlador de bajo costo sin afectar su desempeño en ambientes hostiles.

8.1.1. Primera versión: MeMOSat

Una versión preliminar de LabOSat-01, llamada MeMOSat-01, fue diseñada con el objetivo de ensayar únicamente celdas de memorias ReRAM a bordo de satélites CubeSat en LEO. El núcleo de MeMOSat-01 es un microcontrolador (MCU) MSP430F169 de Texas Instruments. La mayoría de las subsistemas fueron legados al sistema LabOSat debido a los excelentes resultados que hemos obtenido en su implementación y desempeño en órbita. Para controlar a las memorias, MeMOSat contaba con tres subsistemas fundamentales. El primero era una fuente de tensión, el segundo un subsistema de medición para la corriente sobre los DUTs. El tercero, el subsistema de dosimetría que sensaba la dosis total ionizante mediante el uso de dos dosímetros (sensores) *on-board* con la posibilidad de agregar dos dosímetros *off-board* con un conector externo.

El desarrollo de MeMOSat-01 nos permitió familiarizarnos con los requerimientos que deben cumplir los sistemas electrónicos para su integración en satélites. El primer requisito fundamental es el peso. El sistema debe ser lo más liviano posible para reducir el peso total del satélite en el cohete lanzador. Concretamente, por especificaciones de la empresa, el controlador debe pesar menos de 100 g. El siguiente requisito está asociado a las dimensiones geométricas. Específicamente, la compatibilidad con el diseño estructural de satélites CubeSat impone un límite de $100 \times 100 \text{ mm}^2$. El espesor total de la placa completa está determinado por el tipo de conector que utilice el fabricante del satélite (Figura 8.1). Por último, el satélite se alimenta de energía solar mediante celdas solares que almacenan la energía en baterías. Esto hace que la energía sea un recurso escaso cuando el satélite está completamente

operativo. Por este motivo, a partir de analizar el presupuesto de energía del satélite, Satellogic impuso un requisito sobre el consumo de potencia menor a 1 W.

MeMOSat-01 superó exitosamente pruebas de vacío y vibración. El ensayo de vacío realizado en nuestro laboratorio consistió en someterlo durante 14 h a $7.5 \cdot 10^{-6}$ Torr. Las pruebas de vibración armónica y aleatoria de 10 Hz a 1 kHz con una amplitud máxima de 6.8g (RMS) realizadas por la empresa Satellogic no indujeron fallas mecánicas ni eléctricas en MeMOSat-01.

Actualmente, MeMOSat está operando dentro del microsatélite BugSat-1 (COSPAR ID: 2014-033E) operado por la compañía Satellogic desde junio de 2014. Desde ese entonces, el predecesor de LabOSat ejecuta exitosamente rutinas programadas una vez al día, demostrando un rendimiento excelente después de más de 3 años de operación.

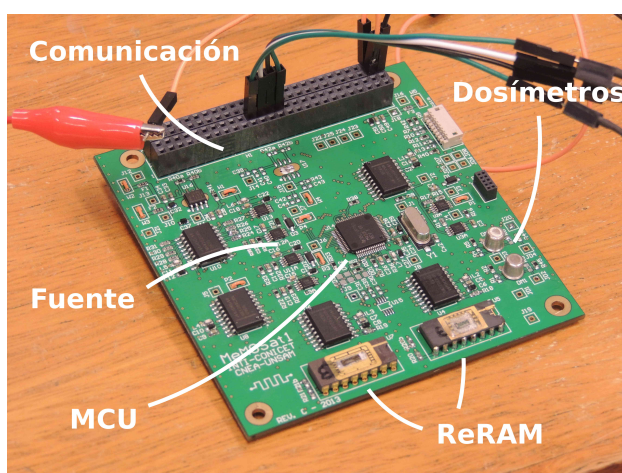


Figura 8.1: Fotografía de MeMOSat-01, versión preliminar de LabOSat-01, durante la calibración previa a su integración en el BugSat-1. Peso: 56 g. Dimensiones: $100 \times 100 \times 10$ mm³.

8.2. Hardware

Los bloques fundamentales de LabOSat se representan en la Figura 8.2. El núcleo de la placa es un MCU de señales mixtas MSP430F1612 de Texas

Instruments que controla todos los circuitos periféricos (bloques) designados para tareas específicas. Este MCU es típicamente utilizado en misiones LEO para CubeSats y fue probado por otros autores [125] bajo haces de iones pesados. En ese trabajo, Guertin y colaboradores buscaron caracterizar la respuesta del MCU al inducir efectos de eventos únicos (SEE) con diferentes especies de iones (diferentes LET). Al mismo tiempo calcularon la dosis total ionizante (TID) que el microcontrolador soporta. Los resultados indican que el núcleo tolera dosis totales entre 50 y 100 Gy mientras está alimentado y más de 200 Gy si se encuentra sin alimentación. Además, al ser utilizado en la misión MeMOSat-01 logramos validar la familia del núcleo para misiones en LEO de 3 años con blindaje (resultado desarrollado en la Sección 10.3).

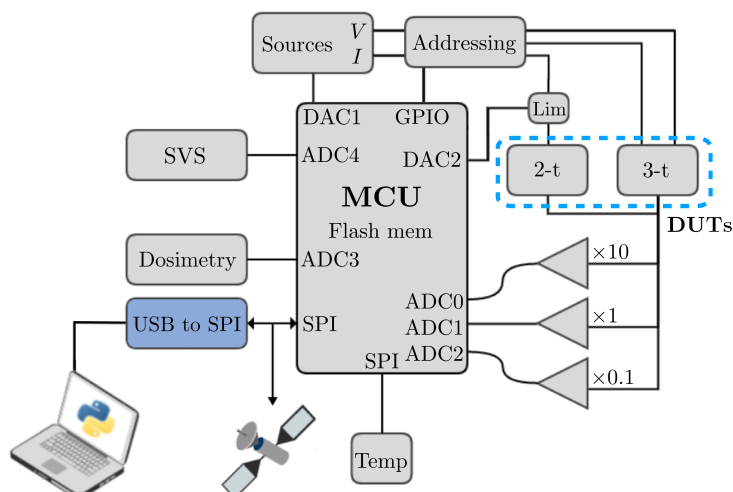


Figura 8.2: Diagrama de bloques de LabOSat.

El MCU utiliza una de sus salidas DAC de 12 bits para controlar con precisión el voltaje o la corriente de la fuente de la SMU que estimulará los dispositivos bajo prueba (bloques 2-t y 3-t). La otra salida DAC la destina al control del limitador (Lim) o a una segunda fuente de tensión. Las entradas de 12 bits de los ADCs se utilizan para medir la respuesta de los DUTs y otros parámetros que se revisan periódicamente para comprobar el funcionamiento del controlador. También el microcontrolador de LabOSat utiliza los puertos GPIO como pines de direccionamiento para configurar la operación de los bloques.

El bloque 2-t está dedicado a experimentos de dispositivos de dos terminales, en particular, sobre dispositivos de memoria basados en el fenómeno de conmutación resistiva. Existe otro bloque que ejecuta experimentos sobre dispositivos de tres terminales destinado a estudiar el rendimiento de transistores. El bloque 2-t permite el funcionamiento de 28 dispositivos y el bloque 3-t de 6 (desarrollado en la Sección 8.4).

Una de las mejoras de LabOSat-01 con respecto a MeMOSat-01 es la posibilidad de forzar corriente a través de los dispositivos ReRAM. El circuito analógico de la fuente de corriente de LabOSat está basado en un lazo activo de control de corriente. Al forzar corriente, LabOSat puede entregar 23 mA con una potencia máxima de 230 mW sobre el DUT.

Para medir la temperatura utilizamos un termómetro LM74 de Texas Instruments que se comunica a través de SPI y fue configurado para medir temperaturas entre -55 hasta 125 °C. Sin embargo, todos los componentes comerciales de LabOSat operan en el rango de temperatura (nominal) -40 a 85 °C.

El bloque de dosimetría contiene dosímetros de estado sólido caracterizados por el grupo de Física de Dispositivos de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Buenos Aires. El bloque está diseñado para medir TID sobre la placa (desarrollado en la Sección 8.4). Este módulo es crucial para aplicaciones espaciales y cualquier ambiente con radiación ionizante.

Nuestro controlador está diseñado para operar con una alimentación de 3.3 V para el MCU y una alimentación de 12 V, preferentemente, para alimentar a todos los bloques analógicos. Para monitorear la tensión de alimentación de los módulos analógicos (V_{sup}) LabOSat posee un bloque llamado SVS³ que, mediante una entrada de ADC, mide una tensión proporcional a la alimentación.

Por último, la plataforma también cuenta con un conector DF13-15 que permite explotar las capacidades de LabOSat *off-board*. El PCB, fabricado por la compañía local Ernesto Mayer, está diseñado con cuatro capas donde las externas son planos de tierra y las capas internas poseen las pistas enru-

³Por sus siglas en inglés *Supply Voltage Supervisor*.

tadas con la estrategia Manhattan para reducir el *cross-talk* y capacidades parásitas. La placa poblada con sus componentes pesa 36 g y sus dimensiones son $88 \times 88 \times 7 \text{ mm}^3$ lo que convierte a LabOSat en una plataforma liviana y portátil. En la Figura 8.3 se muestra una imagen del controlador.

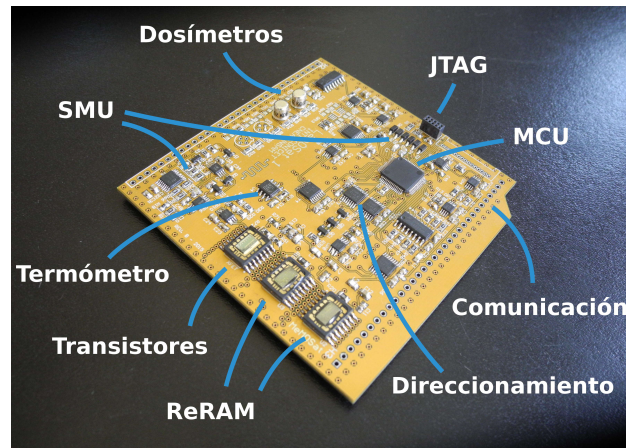


Figura 8.3: Fotografía de LabOSat-01. El puerto de comunicación de SPI con su anfitrión es la tira de pines. El puerto JTAG es para programación del microcontrolador en LabOSat. Peso: 36 g. Dimensiones: $88 \times 88 \times 7 \text{ mm}^3$.

8.3. Firmware y software

Las instrucciones de funcionamiento, el código (firmware), está escrito en C y es compilado y grabado mediante el IDE⁴ Code Composer Studio de Texas Instruments. La estructura está diseñada para comprender un breve conjunto de instrucciones. Cuando LabOSat-01 es encendido, se inicia en modo espera o IDLE, esperando instrucciones por el puerto de comunicación USART⁵ bajo el protocolo SPI.

Test Estándar

La instrucción Test Estándar es la rutina que ejecuta aproximadamente todas las instrucciones elementales del firmware en serie. Comprende la

⁴Entorno de desarrollo integrado (*Integrated Development Environment*).

⁵Interfaz de hardware *Universal Synchronous/Asynchronous Receive Transmitter*.

medición de las condiciones de contorno: cálculo del CRC (ver más adelante), tensión de alimentación (V_{sup}), la temperatura (T) y la dosimetría, y ejecuta el experimento programado (curva I - V o *endurance*) sobre los dispositivos. El pseudo-código de la Figura 8.4 muestra en líneas generales la rutina de Test Estándar. Durante caracterizaciones o mediciones en Tierra el condicional *pasó un día?* puede ser ignorado.

```

solicitud Test Estándar
if pasó un día then
    ejecutar Test Estándar
else
    no ejecutar Test Estándar
end if



---


ejecución Test Estándar
obtener fecha del anfitrión
lectura dosimetría,  $V_{\text{sup}}^{\text{start}}$  y  $T^{\text{start}}$ 
for cada 2-t DUT en banco 1 do
    adquirir  $I$ - $V$  o endurance
end for
lectura  $V_{\text{sup}}^{\text{mid}}$  y  $T^{\text{mid}}$ 
for cada 2-t DUT en banco 2 do
    adquirir  $I$ - $V$  o endurance
end for
for cada 3-t DUT do
    adquirir curva característica y de modulación
end for
lectura  $V_{\text{sup}}^{\text{end}}$  y  $T^{\text{end}}$ 
calcular CRC-16 del firmware y CRC-16 de los datos generados
calcular número de ejecución
comprobar errores

```

Figura 8.4: Pseudo-código de solicitud y ejecución de un Test Estándar.

8.3.1. Reporte de mediciones y generación de datos

Todos las mediciones realizadas se registran en la memoria RAM del MCU y, al final de la ejecución de la instrucción, los datos son almacenados en la

memoria flash del microcontrolador. Para descargar los datos es necesario enviar una instrucción particular a través de SPI solicitando el reporte generado por el Test Estándar u otra instrucción. La longitud del reporte, es decir, la cantidad de todos los datos almacenados, depende de la instrucción ejecutada y se informa en el encabezado del reporte, dentro de los primeros bytes enviados. Además, el encabezado contiene: un número de identificación de la placa, el número de ejecuciones realizadas hasta el momento, el CRC-16 del reporte en sí, una marca de tiempo que indica cuándo se ejecutó la última instrucción y un byte que indica errores y estados. El cálculo del CRC-16 del reporte se ejecuta para verificar si los sectores de memoria donde se almacenan los datos del experimento se encuentran corruptos. Indirectamente, también corroboramos si la comunicación SPI fue alterada.

La decodificación del reporte se realiza mediante un programa de Python que facilita su lectura y permite ver fácilmente la respuesta de cada dispositivo y las condiciones del entorno.

El firmware de LabOSat-01 está programado para almacenar tiras de datos de hasta 3 kB debido a la disponibilidad de ancho de banda de la comunicación satelital. En Tierra, la comunicación se realiza con un emulador de satélite basado en la plataforma Arduino Nano (microcontrolador ATmega328P de Atmel con el conversor SPI-USB FTDI FT232R) y un programa de Python. El emulador funciona como anfitrión (*host*) de LabOSat y como tal entrega la tensión de alimentación tanto para el MCU como para los bloques analógicos usando una fuente de 12 V.

Comprobación de errores mediante CRC-16

CRC es un algoritmo estándar de detección de errores basado en la comprobación cíclica por redundancia (*Cyclic Redundancy Check*). El algoritmo consiste en la obtención del resto de la división polinómica entre un dividendo determinado por la información almacenada en la memoria del MCU contra un divisor determinado. Específicamente, en LabOSat hemos implementado el CRC-16 basado en el código de Lenchak para la familia de MCU MSP430 en [126]. En nuestra implementación, el divisor es de grado 16 ($x^{16} + x^2 + 1$)

y el dividendo está dado por polinomios de grado 256 donde sus coeficientes son los bits de los bloques de memoria. La operación bit a bit (XOR) se realiza cíclicamente hasta obtener el resto de la división. El resto es el resultado de la comprobación, es decir, el valor de CRC. En LabOSat, este algoritmo es utilizado para evaluar modificaciones en el firmware y en los datos almacenados. Por un lado, calculamos el CRC de los 49 kB de memoria flash que contienen al firmware y lo almacenamos en LabOSat. Luego, en cada ejecución de un Test Estándar comparamos el valor de CRC grabado contra el calculado sobre los 49 kB durante la ejecución. El valor de esta comprobación es verdadero o falso según se haya modificado algún bit en los bloques de memoria. Por otro lado, cada vez que almacenamos los datos de una medición en la memoria flash, calculamos el CRC de esos bloques de memoria (3 kB fuera de los sectores del firmware). El valor de CRC es almacenado para descargar en el siguiente reporte y comparar la integridad de esos sectores de memoria o del proceso de comunicación entre LabOSat y su anfitrión.

8.4. Experimentos sobre DUTs

8.4.1. Dosimetría

Para la medición de dosimetría LabOSat-01 dedica 4 bancos *on-board* para dosímetros de estado sólido de encapsulado TO-18 o TO-72 y un módulo con conexión externa a 4 transistores *off-board* para mediciones remotas.

Los dosímetros de estado sólido son transistores COTS PMOS⁶ caracterizados como sensores de radiación. Son operados en la configuración que se muestra en la Figura 8.5. Para medir TID, los dosímetros son polarizados por el amplificador operacional forzando la circulación de una corriente fija a través del *source* (I_S) mientras se registra el voltaje del *gate* (V_G) con el *drain* a tierra. La fuente de corriente generada por R_S y la realimentación

⁶Con un óxido de *gate* estimado de ~ 250 nm [127].

del opamp hacen que por el transistor circulen:

$$I_S = \frac{V_{\text{sup}} - V_{\text{ref dos}}}{R_S} \quad \text{con} \quad V_{\text{ref dos}} = \frac{R_2}{R_1 + R_2} V_{\text{sup}} \quad (8.1)$$

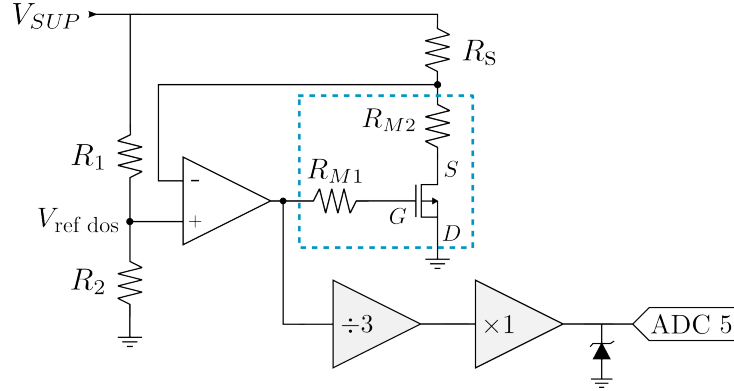


Figura 8.5: Circuito empleado para la medición de dosimetría. La implementación en LabOSat incluye un multiplexor para seleccionar alguno de los 4 dosímetros *on-board* ubicados en el recuadro azul punteado.

La implementación de este circuito incluye un multiplexor que selecciona alguno de los 4 dosímetros *on-board* (recuadro azul punteado y puntos **G** y **S**). Esto agrega dos resistencias parásitas, $R_{M1,2}$, por la resistencia que presenta el canal del multiplexor. Debido a que el dosímetro posee alta impedancia en el *gate*, calculamos la tensión entre el *gate* y el *source* del transistor según:

$$V_{GS} = V_G - V_S = 3V_{\text{ADC}} - \frac{R_2}{R_1 + R_2} V_{\text{sup}} + I_S R_{M2} \quad (8.2)$$

Como observación, este experimento se asemeja a la medición de la tensión umbral (V_{th}) que, como se explicó anteriormente, su evolución sirve para cuantificar la dosis de radiación absorbida por el dispositivo. Es decir, un corrimiento de V_{GS} nos permite inferir que hubo un corrimiento de V_{th} . Para calcular una dosis total, previamente, los transistores PMOS son caracterizados en el laboratorio con el fin de conocer su sensibilidad frente a radiación ionizante. El procedimiento de caracterización asume una respuesta lineal de los transistores: el transistor es operado con la corriente de polarización I_S

mientras es expuesto a un campo de radiación γ de una fuente de ^{60}Co por un breve período de tiempo de tal forma que la dosis total absorbida sea baja. Luego, se registra el corrimiento de V_{GS} y sabiendo la dosis D se obtiene la sensibilidad $s = V_{\text{th}}/D$, con unidades $[s] = \text{V/Gy}$ o algún submúltiplo. De esta forma, los transistores se transforman en dosímetros de estado sólido que miden TID gamma-equivalente en silicio [128, 129, 130].

8.4.2. Dispositivos de 2-t

El controlador implementa dos formas de evaluar la degradación de dispositivos de dos terminales en encapsulados SOIC-16. Una consiste en la medición de sucesivas curvas I - V y la otra en ensayos de tolerancia o *endurance*. La primera nos permite estudiar la respuesta dinámica del dispositivo. En el caso de celdas de memoria ReRAM podemos observar la evolución de los procesos SET y RESET desde la primera curva I - V . El segundo nos permite comprender cómo es la degradación de los estados ON y OFF o cómo varía el rendimiento de los dispositivos frente a un mismo estímulo en forma estática.

Modos de la SMU

Los dispositivos se pueden controlar imponiendo voltaje o corriente. En el primer caso, el circuito equivalente se puede ver en la Figura 8.6b. Cuando se selecciona la fuente de tensión, el dispositivo está en serie con una resistencia de *shunt*. Para inferir la caída de potencial sobre el dispositivo medimos el valor del potencial en V_{meas} . En el segundo caso, cuando se configura la fuente de corriente, el dispositivo se conecta al circuito equivalente de la Figura 8.6d y V_{meas} proporciona información sobre la caída de tensión sobre él. El voltaje o el valor de corriente impuesto por la SMU se establece con las salidas DAC del microcontrolador que sirven como entradas de las etapas de amplificación de cada fuente. La medición de V_{meas} se realiza con el módulo de medición que conforma a la SMU. Cada modo está configurado con multiplexores y llaves que se direccionan con puertos GPIO del microcontrolador. La Figura 8.6a muestra el circuito simplificado del subsistema

de direccionamiento. Las fuentes de la SMU sólo pueden aplicar tensión positiva. Para conseguir tensiones negativas, invertimos la polaridad del DUT seleccionando las posiciones **F** o **R** de las llaves. Las posiciones “1” (azul) y “2” (magenta) son para el control en corriente y tensión, respectivamente. Los detalles del circuito completo de LabOSat puede verse en el esquemático del Apéndice C. En líneas generales, una vez elegido el tipo de estímulo, se configuran las llaves para seleccionar la fuente (posición 1 o 2) y la polaridad del DUT. Luego, mediante el multiplexor se selecciona el DUT que a estudiar imitando la arquitectura 1T1R mencionada en la Introducción.

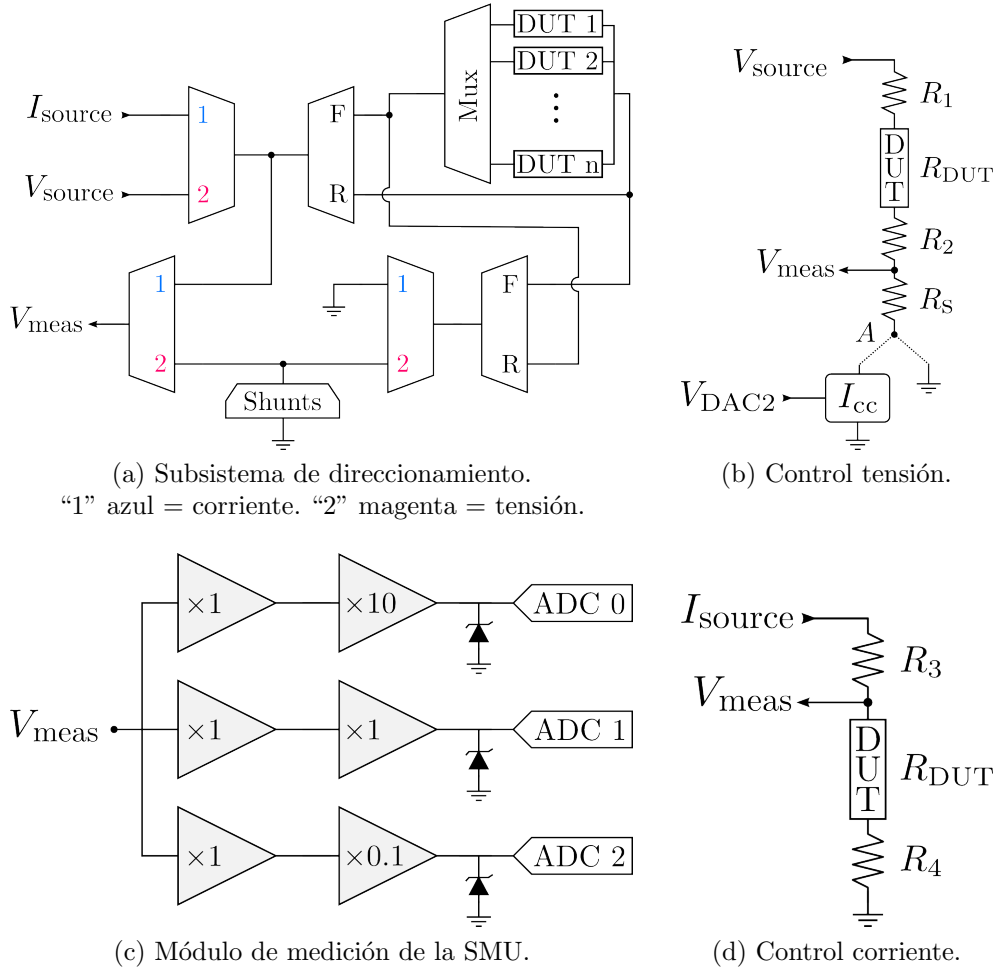


Figura 8.6: Subsistemas de LabOSat y circuitos equivalente cuando se controla en tensión (b) o corriente (d). V_{meas} es el voltaje registrado por la SMU.

Fuente de tensión: Para obtener la caída de potencial y la corriente a través del dispositivo cuando controlamos tensión recurrimos a las Ecuaciones 8.3 y 8.4. El barrido de voltaje es aplicado en V_{source} sobre el divisor resistivo $(R_1 + R_{\text{DUT}} + R_2)/R_s$. Esta última, R_s , está compuesta por la R_{on} del multiplexor etiquetado como “Shunt” en la Figura 8.6a y una resistencia de película gruesa seleccionada. La medición se realiza en el nodo V_{meas} . Conociendo la tensión aplicada V_{source} , la ley de Kirchhoff nos devuelve:

$$I_{\text{dut}} = \frac{V_{\text{meas}}}{R_s} = \frac{V_{\text{meas}}}{R_{\text{shunt}} + R_{\text{mux}}} \quad (8.3)$$

$$\Delta V_{\text{dut}} = V_{\text{source}} - V_{\text{meas}} - I_{\text{dut}}[R_1 + R_2] \quad (8.4)$$

Otra incorporación a la SMU de LabOSat es la posibilidad de limitar la corriente que circula por el DUT al controlar tensión. El valor de la corriente de complianza es fijado mediante una salida DAC del MCU (“DAC2”) y controla el *gate* de los transistores NMOS que conforman el espejo de corriente del limitador (Apéndice C).

Fuente de corriente: Cuando se selecciona control en corriente, se conoce el barrido I_{source} y las resistencias parásitas R_3 y R_4 . Luego, midiendo V_{meas} obtenemos mediante la ley de Kirchhoff:

$$I_{\text{dut}} = I_{\text{source}} \quad (8.5)$$

$$\Delta V_{\text{dut}} = V_{\text{meas}} - I_{\text{dut}}R_4 \quad (8.6)$$

Las resistencias parásitas R_{mux} , R_1 , R_2 , R_3 y R_4 surgen de la resistencia del canal activo de las llaves y multiplexores. LabOSat usa llaves ADG5413 de Analog Devices y multiplexores DG406, DG408 y DG409 de Vishay. Estos IC fueron caracterizados para determinar la R_{on} en función de la temperatura, la tensión de alimentación y la corriente que circula por el canal. El objetivo de la caracterización es la estimación exacta de la resistencias parásitas para mejorar la exactitud del cálculo de la caída de potencial y la corriente que circula por los dispositivos. En el Capítulo 9 se comentan los resultados.

Respecto de cómo la SMU realiza las mediciones debemos mencionar cómo funciona el método diseñado. Mientras la SMU aplica el estímulo utiliza

tres entradas de ADC para realizar las mediciones sobre el DUT según la Figura 8.6c. Cada una de ellas va precedida por un seguidor y un amplificador operacional para amplificar ($\times 10$), seguir ($\times 1$) o atenuar la señal ($\times 0.1$). El diodo Zener, operado en inversa, posee una tensión de ruptura de 2.7 V (nominal) para proteger la entrada del ADC de posibles excesos de tensión. Cuando el MCU informa la medición, elige uno de los tres valores medidos: ADC0, ADC1 o ADC2. No los tres. El criterio de selección se basa en elegir el canal que tiene máxima amplificación y no está saturado. Por ejemplo, si ADC0 registra un voltaje más alto que el umbral de saturación ($2.5 \text{ V} = 4095$ cuentas), la lectura es ignorada y el sistema buscará el valor registrado por ADC1 para evaluar si se encuentra saturado o no. De esta forma, LabOSat proporciona mediciones en un amplio rango de tensiones y evita lecturas fuera de rango.

La tensión de referencia del módulo de ADC es configurada via firmware para utilizar la fuente interna de 2.5 V del MCU. De esta forma y considerando el criterio del párrafo anterior, los tres rangos que en los que opera la SMU son 0-250 mV (amplificando la señal medida), 0.25-2.5 V (siguiendo) y 2.5-12 V (atenuando)⁷. Además, dado que el ADC es de 12 bits, la resolución nominal de cada rango estará dada por $\frac{\Delta V}{2^{12}} = \frac{g \cdot 2.5 \text{ V}}{4095} = g \cdot 610 \text{ } \mu\text{V}$ donde g es la ganancia del opamp de la entrada.

Es importante destacar que el firmware de LabOSat permite determinar cuántas mediciones realiza la SMU a través de lecturas de las entradas de ADC del circuito de medición de la Figura 8.6c. Los valores posibles son 4, 8 o 16 mediciones⁸. Después de completar la adquisición, las mediciones se promedian y se informan como un único valor.

Como se dijo anteriormente, los dispositivos de 2-t pueden ser sujetos a dos tipos de ensayos: *I-V* y *endurance*, los cuales describiremos en detalle a

⁷En rigor, la tensión máxima de este rango está determinada por la tensión de alimentación de los opamp, V_{sup} , actualmente, 12 V. La máxima admisible según la hoja de datos [131] es 13.5 V.

⁸Por estructura de firmware, LabOSat asigna 4 posiciones del registro de memoria del módulo de ADC a cada canal del ADC. En otras palabras, cada canal de ADC es muestreado 4 veces como mínimo. La opción de medir 8 o 16 veces simplemente obligan al MCU adquirir con el ADC 2 o 4 veces más y almacenar cada adquisición en la memoria RAM para luego promediarlas.

continuación.

Ensayo de tolerancia (*endurance*)

El ensayo de tolerancia está diseñado para estimar la cantidad de ciclos de escritura y lectura que soportan dispositivos de memoria. Consiste en la aplicación de sucesivos pulsos de tensión o corriente con el fin de lograr un número fijo de conmutaciones. Por ejemplo, si el dispositivo de memoria es una celda ReRAM bipolar como es el caso de este trabajo, aplicaremos pulsos de una tensión positiva V_{SET} para llevar la memoria a un estado de baja resistencia y pulsos de tensión negativa V_{RESET} para cambiar el estado a alta resistencia. Si el pulso aplicado no consigue conmutar la resistencia del dispositivo, el protocolo de *endurance* vuelve a aplicar el pulso hasta conseguir la conmutación o llegar al número máximo de pulsos configurados. Seguido de cada pulso de escritura, LabOSat aplica un pulso de lectura. Es ese pulso de lectura el que determina si la celda de memoria ha cambiado de estado o no. Para ello, debemos grabar en el firmware de LabOSat un archivo de configuración con los umbrales de resistencia⁹ de los estados HRS y LRS.

Ensayo dinámico (*I-V*)

El ensayo dinámica está diseñado para caracterizar el dispositivo mediante curvas *I-V* intercaladas con pulsos de lectura y, así, poder mostrar curvas HSL. El barrido se interpreta como un estímulo triangular generado por el número de puntos (pasos) y el incremento positivo y negativo. Como resultado, el barrido triangular comienza desde cero hasta la máxima amplitud positiva (negativa), luego hasta la máxima amplitud negativa (positiva) y vuelve a cero. El estímulo se puede configurar para aplicar pulsos de baja amplitud entre los pasos del barrido para leer el estado resistivo. Cabe destacar, que al estimular con la fuente de tensión, el valor de la resistencia de *shunt* debe optimizarse para tener buena sensibilidad al medir y evitar

⁹En rigor, el controlador sólo puede comparar números enteros que hacen referencia a la tensiones digitalizadas por los ADCs que utiliza la SMU.

reducir la amplitud de la excursión sobre el dispositivo.

Por hardware, LabOSat posee 4 dispositivos, dos resistencias de $1\text{ k}\Omega$ y dos resistencias de $0\ \Omega$, configurados para realizar curvas I - V con diferentes modos de la SMU con el fin de monitorear el comportamiento del sistema.

8.4.3. Dispositivos de 3-t

Si bien en este trabajo de Tesis no profundizaremos en el uso de este módulo, vale mencionar brevemente su funcionamiento. Los experimentos en dispositivos de tres terminales están pensados para caracterizar transistores desarrollados en laboratorios de investigación o de tecnologías emergentes. El soporte para incorporar estos DUTs deben ser encapsulados SOIC-16.

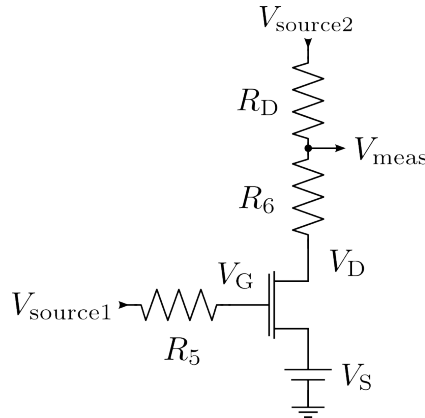


Figura 8.7: Circuito simplificado del bloque 3-t de LabOSat.

LabOSat puede ser configurado para realizar barridos con tensión en el *drain* fijando la tensión del *gate* y viceversa, siempre con el *source* a un potencial predeterminado por hardware. La adquisición de datos se realiza midiendo el nodo V_{meas} de la Figura 8.7 y calculando las caídas de potencial mediante las Ecuaciones 8.7, 8.8 y 8.9. La resistencia R_D permite estimar la corriente que circula por el canal del transistor a la vez que V_S permite excursionar en tensiones negativas cual fuente partida. Asumiendo que la corriente de fuga por el *gate* es pequeña, la caída producida por R_5 es despreciable ya que las resistencias parásitas de las llaves y los multiplexores son del orden

de 10 a 100 Ω . Actualmente, en LabOSat $R_D = 470 \Omega$ y $V_S = 1.1 \text{ V}$ [132].

$$I_D = \frac{V_{\text{source2}} - V_{\text{meas}}}{R_D} \quad (8.7)$$

$$V_{\text{GS}} = V_{\text{source1}} - V_S \quad (8.8)$$

$$V_{\text{DS}} = V_{\text{meas}} - I_D R_6 - V_S \quad (8.9)$$

Capítulo 9

Caracterización del controlador

En el presente Capítulo describimos los experimentos realizados sobre LabOSat con el objetivo de comprender cómo las condiciones del entorno afectan su operación. Es importante entender su comportamiento en estos entornos ya que luego mediremos con LabOSat los dispositivos fabricados en la Parte I. Además de la experiencia previa de MeMOSat-01, estas caracterizaciones nos servirán para ganar mayor confianza sobre el controlador. En lo que sigue, mostramos los resultados de la calibración de LabOSat como instrumento de banco. También, detallamos la experiencia y los resultados de una caracterización en un amplio rango de temperaturas. Por último, daremos una reseña de los experimentos realizados bajo haces de protones y haces de neutrones junto con sus respectivos resultados y discusiones.

9.1. LabOSat como instrumento de banco

Tiempo de precalentamiento

Una característica que poseen los instrumentos es el tiempo de precalentamiento, período en el cual el sistema se estabiliza térmicamente para lograr la precisión nominal. En el caso de LabOSat este tiempo lo hemos podido observar midiendo la estabilización térmica del PCB. El termómetro (LM74) mide la temperatura a través de uno de los pines del encapsulado por lo que

el valor que reporta debe ser considerado como la temperatura del PCB en las cercanías del sensor.

Al alimentar la parte digital del controlador con 3.3 V, el MCU inicia en modo IDLE. En ese punto, se espera que la placa permanezca a temperatura ambiente. Luego, alimentando al controlador con 12 V, el sistema comienza a calentarse producto del consumo de los módulos analógicos en modo IDLE. En estas condiciones, la placa aumenta su temperatura algunos grados. Hemos observado que LabOSat tarda aproximadamente 100 min en llegar a una temperatura estable en el entorno de laboratorio, de 23.3 a 25.7 °C.

Parámetros temporales de la SMU

LabOSat posee un cristal cerámico de 6 MHz que determina la frecuencia de trabajo del MCU MSP430. Esta frecuencia junto con la configuración de varios registros del MCU por firmware determinan el tiempo que insume la SMU para realizar una medición a través de los ADC. Una de las variables que podemos modificar como usuarios finales de LabOSat es la cantidad de mediciones que deseamos realizar, tal como se mencionó en la Sección 8.4.2. El resultado de elegir 4, 8 o 16 mediciones es la reducción del ruido que como consecuencia hace que la medición consuma más tiempo (t_{med}).

Por otro lado, independientemente de lo configurado para la medición, el controlador permite seleccionar la duración del pulso aplicado por el DAC (t_{ON}) y la distancia temporal entre ellos (t_{OFF}). Tanto t_{ON} como t_{OFF} son función de una variable de 8 bits ($N = 256$ cuentas). Para ilustrar estos parámetros, la Figura 9.1b muestra un fragmento del estímulo de la SMU en función del tiempo. Los rangos actuales de las variables t_{med} , t_{ON} y t_{OFF} fueron caracterizados¹ con el objetivo de tener una referencia temporal (calculada) para las mediciones. La duración de los pulsos fue determinada analizando el estímulo I - V con un osciloscopio Rigol DS1104B sobre un dispositivo resistivo pasivo. La Tabla 9.1 contiene los valores obtenidos de los parámetros previamente mencionados para las diferentes opciones de medición. El parámetro duración del pulso fue medido con $N = 1$ cuenta, mientras que la

¹Según el firmware empleado en este trabajo de Tesis.

Tabla 9.1: Parámetros temporales de LabOSat a temperatura ambiente. Tensión de alimentación del MCU = 3.3 V. Versión de firmware utilizada en este trabajo de Tesis.

Número de mediciones	Duración de la medición (t_{med})	Duración del pulso (t_{ON})
4	$806 \pm 1 \mu\text{s}$	$3.69 \pm 0.01 \text{ ms}$
8	$1.62 \pm 0.03 \text{ ms}$	$4.49 \pm 0.01 \text{ ms}$
16	$3.21 \pm 0.01 \text{ ms}$	$6.10 \pm 0.01 \text{ ms}$
16	-	$t_{\text{OFF}} = 250 \pm 1 \text{ ms}$

duración de la medición fue medida con $N = 0$. En la Figura 9.1a mostramos la duración del pulso t_{ON} en función de la variable N de 8 bits.

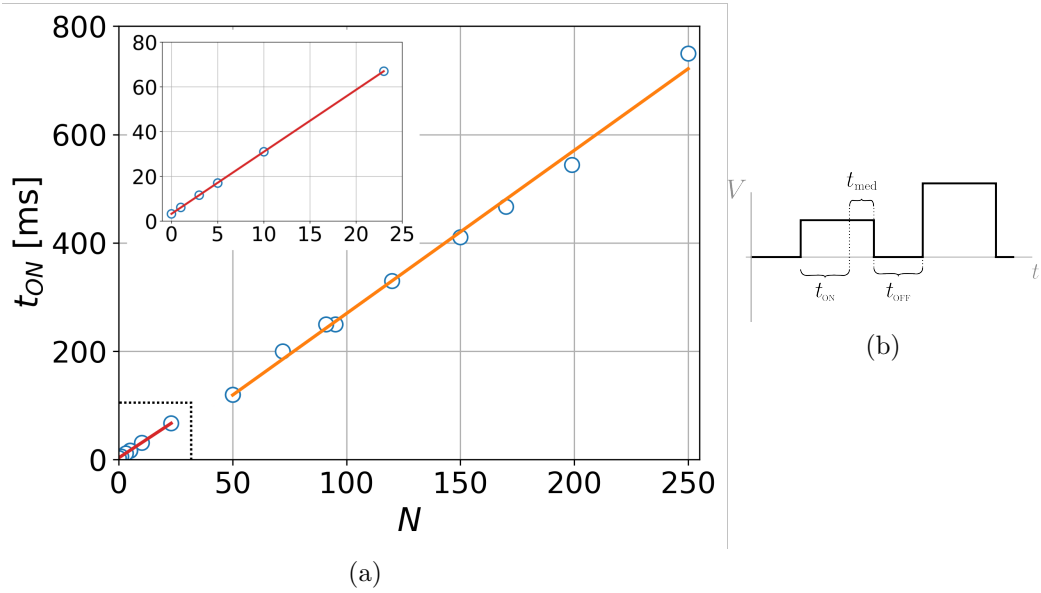


Figura 9.1: (a) Curva de calibración temporal de t_{ON} de la SMU de LabOSat al medir con 16 mediciones. Inset: ampliación de región de bajo número de cuentas. (b) Representación de los parámetros temporales. La medición se realiza al final del pulso.

De la Tabla 9.1 podemos observar que aumentar la cantidad de mediciones es una operación aditiva, i.e. el tiempo que dura la medición es el número de mediciones multiplicado por la duración de 4 mediciones. Estos valores exponen una cota inferior para la duración del pulso del firmware actual. Es decir, este resultado muestra que la configuración de LabOSat actual brinda la posibilidad de trabajar con pulsos cortos de $\sim 800 \mu\text{s}$ o pulsos largos de

hasta 800 ms.

En la Figura 9.1b podemos observar dos regímenes diferentes: el régimen de cuentas menores a 40 donde la respuesta es $t_{ON} = 2.77 \cdot N + 3.23$ en ms y el régimen de cuentas mayores a 40 donde la respuesta es $t_{ON} = 3.02 \cdot N - 31.4$ en ms. En paralelo, t_{OFF} es totalmente independiente de la duración que posea el estímulo y su duración se corresponde con el tiempo de ejecución que posee el firmware para procesar los datos correspondientes a cada pulso del estímulo. Es decir, el promedio de las mediciones, la comparación de ADCs y su almacenamiento en RAM suceden durante t_{OFF} . Por último, resta observar que aunque estos tiempos es posible modificarlos editando parámetros y registros vía firmware yendo en desmedro de la precisión, el límite inferior impuesto por el MCU se encuentra alrededor de los $10 \mu s$ [133, 134].

Linealidad de la SMU

Otro factor que permite evaluar el desempeño de LabOSat como instrumento es la linealidad del módulo de medición de la SMU. Para estudiar cuán lineal resulta la plataforma se realizaron tres experimentos. En primer lugar, estudiamos la respuesta de los tres canales de ADC (ADC0, ADC1 y ADC2) al estimular con corriente un dispositivo de control. En segundo lugar, se estudió el error estadístico que posee el módulo de medición al reportar una medición. Por último, se estudió los límites y la linealidad de las fuentes de tensión y corriente de la SMU (calibración).

Se analizó la respuesta del módulo de medición contrastando lo reportado por LabOSat con las mediciones de un Keithley SCS-4200. En el experimento aplicamos corriente sobre uno de los dispositivos de control de $1 k\Omega$ de tal forma que las tensiones V_{meas} (configuración según Figura 8.6d) recorran los tres rangos que admite el módulo de medición. Al mismo tiempo que LabOSat adquiría los datos, una SMU de un Keithley SCS-4200 registraba sincronizadamente las tensiones de entrada ADC0, ADC1 y ADC2. En la Figura 9.2a podemos ver las tensiones de cada ADC y, superpuestos, los datos reportados por LabOSat. Lo primero que podemos observar es cómo opera el módulo de medición de acuerdo al criterio de firmware y la topología

implementada. Siempre que la tensión de entrada del ADC n se eleve de 2.5 V, LabOSat reporta el siguiente canal de mayor amplificación no saturado. En segundo lugar, podemos apreciar la linealidad de cada canal. Por último, esta calibración nos sirve para obtener los errores de corrimiento y ganancia que pueden aparecer en los ADC de los microcontroladores.

Como observación, mencionamos que si bien las tensiones a la entrada de los ADC superan los 2.5 V, los diodos Zener de cada canal comienzan a conducir a los ~ 2.7 V evitando que la tensión se eleve más allá de este valor. De esta forma, se protegen los canales de ADC. Por otra parte, la curva del atenuador presenta una meseta más allá de ~ 9 V debido a la limitación en potencia que presenta la fuente de corriente alta.

Luego, analizamos la dispersión que tienen las mediciones que realiza la SMU de LabOSat al aplicar un pulso de tensión o corriente con el objetivo de determinar el error instrumental que se debe asignar a cada medición reportada. Al igual que en toda la Tesis, para esta calibración configuramos la SMU de LabOSat en 16 mediciones. Durante el experimento, aplicamos una serie de 1000 pulsos de tensión de igual amplitud sobre una resistencia conocida. Para analizar la dispersión en diferentes regiones del rango del par fuente-medición realizamos varias series con diferentes amplitudes.

A partir de estos resultados podemos determinar dispersiones máximas para cada rango de medición de la SMU. Como podemos apreciar en la Figura 9.2b, mientras se toman mediciones en el rango 0 - 250 mV (amplificador) obtuvimos dispersiones menores a 30 μ V. En el rango 0.25 - 2.5 V (seguidor) obtuvimos dispersiones menores a 0.8 mV. Por último, en el rango de 2.5 - 10 V (atenuador) observamos dispersiones menores a 4 mV. Este resultado sugiere que el proceso de medición de LabOSat posee dispersiones considerablemente bajas.

Por último, comprobamos la linealidad de las fuentes. Indicamos a LabOSat que aplique diferentes niveles de DAC1 de 0 a 4095 a la vez que registramos con la SMU de un Keithley SCS-4200 el nodo V_{source} al excitar con tensión (configuración según Figura 8.6b) y, al excitar con corriente, registramos la tensión sobre el DUT (configuración según Figura 8.6d). Las Figuras 9.2c y 9.2d presentan los resultados del experimento. Allí, podemos

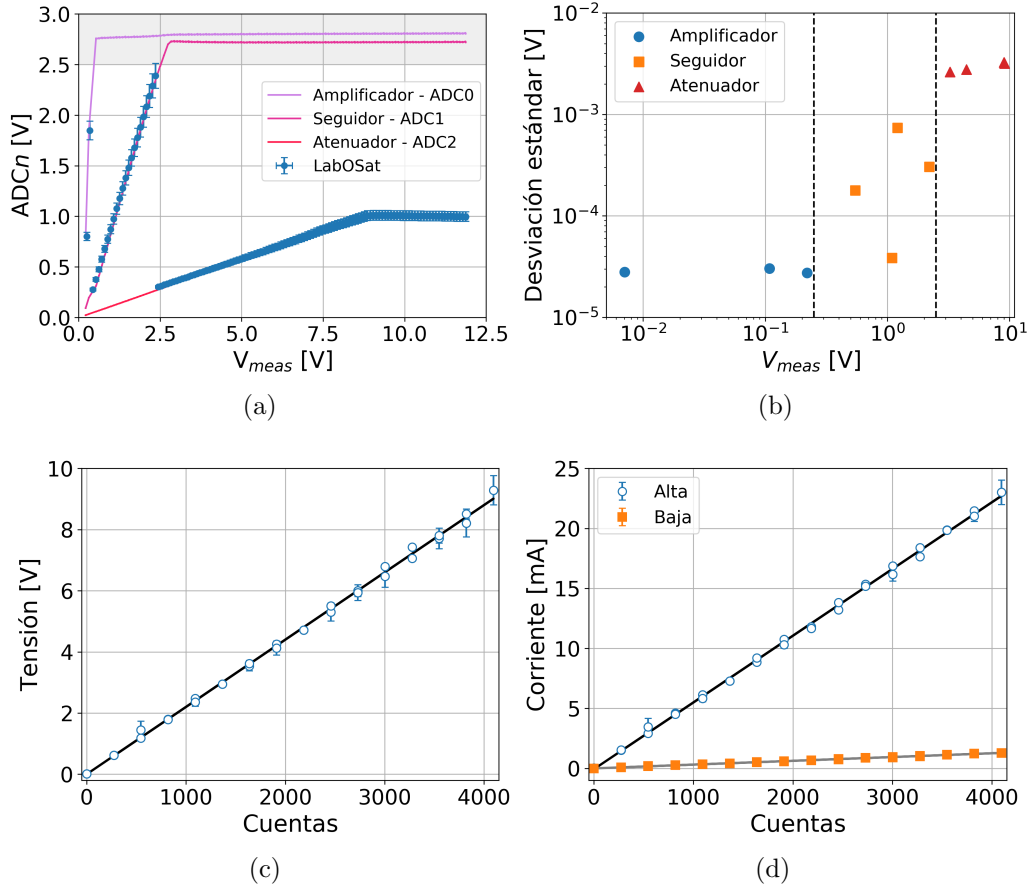


Figura 9.2: Curvas de calibración de la SMU de LabOSat. (a) Linealidad del módulo de adquisición de la Figura 8.6c. La franja gris mayor a 2.5 V representa límite del módulo de medición. (b) Dispersión del módulo de adquisición. Las líneas verticales punteadas separa los tres rangos del módulo. (c-d) Calibración de fuente de tensión y fuente de corriente alta y baja con ajustes lineales ($R^2 = 0.998$ en los tres casos).

advertir que las dos fuentes resultan lineales en todo su rango (coeficientes de correlación $R^2 = 0.998$ en los tres casos). Al mismo tiempo, esto nos determina los límites de las fuentes y la resolución. La fuente de tensión puede aplicar tensiones entre 0 - 9.29 V con una resolución de 2.15 mV. La fuentes de corriente alta puede inyectar corrientes entre 0 - 23.0 mA con una resolución de 5.50 μ A mientras la fuente de baja puede entregar corrientes entre 0 - 1.28 mA con una resolución de 318 nA.

Limitador de corriente de la SMU

Otro módulo que fue fundamental caracterizar es el limitador de corriente de la SMU. El circuito equivalente del módulo se encuentra en el inset de la Figura 9.3. La topología es un espejo de corriente con dos transistores NMOS en paralelo para aumentar los rangos de corriente. Si bien las simulaciones nos ayudaron a determinar los valores nominales, el circuito está formado por componentes discretos (no integrados) y los transistores no se encuentran apareados. Esto hace que sea necesario realizar una calibración para obtener una respuesta fidedigna del módulo en cada placa.

La calibración se realizó con la SMU de LabOSat aplicando una tensión constante sobre una resistencia pasiva conocida como DUT. En simultáneo, variamos la tensión de entrada V_{DAC2} del bloque del limitador mientras adquirimos los datos con un osciloscopio LeCroy Wave Surfer 64Xs-A. Recordemos que variar la tensión V_{DAC2} es equivalente a variar los niveles (cuentas) del pin DAC2 del microcontrolador. Dado que la salida es de 12 bits, 0 niveles de DAC implican 0 V y 4095 niveles se traducen a 2.5 V (sin considerar errores de *offset* o de ganancia). La Figura 9.3 muestra la curva de respuesta del módulo frente a su variable de control DAC2. La tensión llega al módulo amplificada gracias a un seguidor y un amplificador operacional con ganancia $\alpha = 3.67$.

Los resultados muestran que el módulo manifiesta tres comportamientos. Para niveles de DAC2 menores a 700 el limitador eleva la tensión del punto A prácticamente al mismo valor que V_{source} . La corriente que circula por el DUT en este rango es $(16.0 \pm 0.4) \mu A$. En este rango, los transistores aún no han sido polarizados y operan en la región *cutoff*. Luego, entre 700 y 2700 niveles el limitador muestra un comportamiento lineal creciente. En este rango, los transistores están polarizados y operan en saturación. La respuesta en ese rango responde a la curva $I_{CC} = 0.00224 \cdot DAC2 - 1.61$ en mA. Para 2900 cuentas, el limitador admite la máxima corriente a través del DUT, 4.55 mA. En la última región, más allá de 2900 cuentas, el limitador muestra un comportamiento decreciente producto de la limitación en potencia que presenta la amplificación de V_{DAC2} .

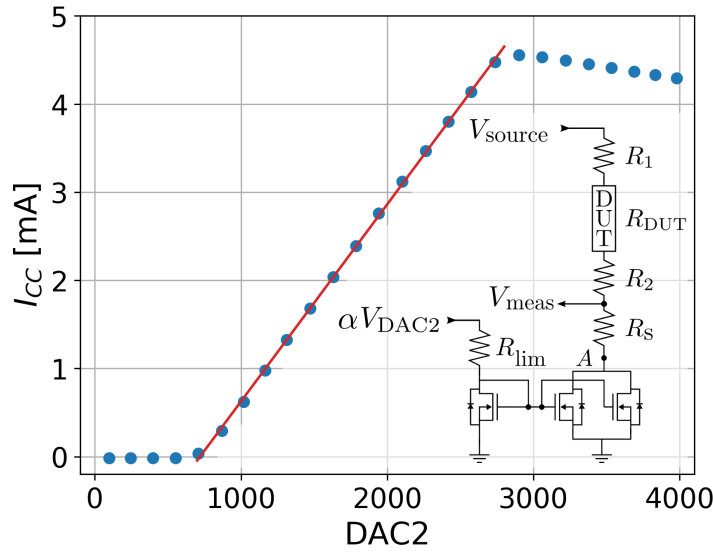


Figura 9.3: Curva de calibración del limitador de la SMU de LabOSat. La línea densa roja es un ajuste lineal para valores de DAC2 entre 700 y 2700. Los errores son despreciables debido a que cada dato es calculado como el promedio de 148500 puntos. Inset: circuito equivalente.

Con este resultado, LabOSat puede imponer corrientes de complianza entre $16 \mu\text{A}$ y 4.55 mA . Este rango es fácil de modificar por hardware cambiando la R_{lim} (R39 en el esquemático). Un valor más chico de resistencia produciría un aumento en la máxima corriente de complianza y cambiaría la sensibilidad frente a las cuentas de DAC2. En este caso, un valor de resistencia menor haría más abrupta la pendiente, es decir, reduciría la sensibilidad. Un valor más grande de resistencia produciría el efecto contrario. Otra estrategia posible es integrar esta topología en un chip y aparear los transistores NMOS en el diseño. Esto nos permitiría tener un mayor control sobre el rango de corriente a través de la elección del cociente W/L de cada transistor NMOS [135]. Esta estrategia está siendo abordada por el grupo en un nuevo proyecto que busca integrar en un mismo chip la SMU de LabOSat.

9.2. Caracterización en temperatura

Como se dijo anteriormente, la finalidad de LabOSat es medir de forma remota la respuesta de los DUTs en un entorno agresivo. El objetivo principal es caracterizar dispositivos dentro de microsatelites. LabOSat se diseñó sin ningún lazo de control térmico, por lo que el rendimiento de los subsistemas analógicos depende de las condiciones del entorno (temperatura, presión, radiación, etc.). Dependiendo de la inclinación de la órbita, la actitud del satélite² y la ubicación de la placa dentro del satélite, las variaciones de temperatura del sistema en el espacio podrían ir desde -30 hasta 60 °C o más [38]. Adelantando resultados en LEO, la evidencia más concreta de las temperaturas del entorno se presenta en la Figura 10.12b de la Sección 10.3. El histograma muestra las temperaturas medidas por LabOSat durante su funcionamiento en ÑuSat-1. De allí, es fácil ver el rango al que se somete el controlador. Aunque muchos de los componentes de LabOSat soportan ese rango de temperaturas, una caracterización es necesaria para comprender cuáles son los límites del conjunto. Aún más, la caracterización nos permitirá entender cómo se comporta el sistema frente a estas variaciones de temperatura y, en caso de ser necesario, es posible diseñar estrategias para mitigar desviaciones en las mediciones por ejemplo.

En lo que sigue, evaluamos el comportamiento de LabOSat cuando ejecuta Tests Estándar consecutivos mientras es sometido a altas y bajas temperaturas. En primer lugar, mostramos el resultado de un estrés térmico de siete días de duración a 100 °C (ensayo **A**). Luego, mostramos los resultados de un estrés a temperaturas por debajo del 0 hasta -50 °C (ensayo **B**). Por último, mostramos los resultados de un shock térmico hasta 150 °C, que es considerado un valor de temperatura extremo para ciertos componentes electrónicos del controlador (ensayo **C**). Los experimentos se realizaron dentro de una cámara de acero inoxidable con una resistencia de tungsteno como calefactor y una superficie de cobre como disipador para entregar calor uniformemente sobre la superficie de la placa LabOSat (Figura 9.4). Para el experimento a baja temperatura retiramos el calentador y la cámara de inoxidable se intro-

²Posición y orientación.

dujo en una cámara más grande para pruebas ambientales Climats modelo 5600H5015 del Centro de Electrónica e Informática del INTI. Los ensayos **B** y **C** se realizaron en vacío. La temperatura sobre la placa también se midió con una termocupla tipo K. En todos los casos, empleamos el emulador de satélite a temperatura ambiente y presión atmosférica, fuera del entorno de LabOSat.

También, caracterizamos en temperatura algunos componentes individuales que utiliza LabOSat. Estos son diodos Zener MMSZ5223BT1G C3 fabricados por On Semiconductor, amplificadores operacionales OPA2735 de Texas Instruments, multiplexores DG406, DG407 y DG409 de Vishay y llaves ADG5413 de Analog Devices. Esta caracterización se realizó utilizando el equipo Keithley SCS-4200 y un base térmica Temptronics TP0315A dentro de una caja de Faraday.

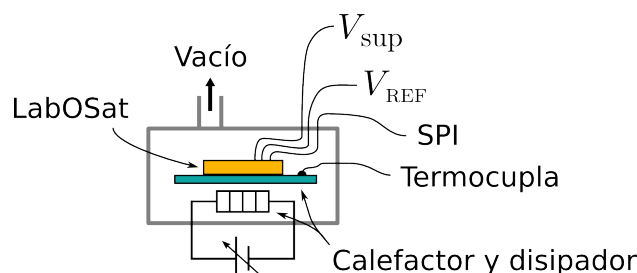


Figura 9.4: Configuración experimental para caracterización en temperatura de LabOSat. El control y la alimentación de LabOSat se realizó con el emulador de satélite. La tensión de referencia V_{REF} del MCU fue solo medida durante el ensayo **C**.

El primer ensayo (**A**) fue un estrés isotérmico a 100 °C por 168 h. El resultado del experimento fue satisfactorio. A pesar de haber excedido la temperatura máxima nominal de operación del MCU (85 °C) no observamos errores de CRC ni de ejecución. Los dos puertos de comunicación funcionaron perfectamente. No percibimos errores en las temperaturas reportadas.

El ensayo nos permite obtener una cota inferior para la retención de datos de la memoria flash del MSP430. Para estimar el tiempo de retención recurrimos a la fórmula de la Ecuación 9.1 basada en un modelo que utiliza la ley de Arrhenius [136, 137]. El ensayo acelerado busca aumentar la probabilidad de perder un dato. Al aumentar la temperatura de la celda *floating gate*, aumen-

ta la corriente de fuga entre el *gate* y el *bulk* a través del óxido túnel [138]. Así, el modelo permite ensayar cualquier dispositivo de forma acelerada durante períodos cortos y predice el comportamiento en condiciones normales durante períodos más largos.

$$AF = \frac{t_1}{t_2} = e^{-\frac{E_a}{k_B} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right)} \quad (9.1)$$

La ecuación determina el factor de envejecimiento AF que se define como el cociente entre el tiempo efectivo de retención t_1 a la temperatura de trabajo T_1 y el tiempo efectivo de retención t_2 a la temperatura del ensayo acelerado T_2 . E_a es la energía de activación de las trampas del óxido de túnel y depende del proceso de fabricación (según Texas Instruments para la memoria flash del MSP430 este valor es 0.6 eV [136]) y k_B es la constante de Boltzmann.

Utilizando los datos del ensayo buscamos el tiempo de retención a temperatura ambiente (25 °C) y a la temperatura media de operación de LabOSat en órbita (1 °C). Como resultado, obtenemos un tiempo de retención de 2 años a temperatura ambiente y de 16 años en órbita. Si bien el fabricante reporta tiempos de retención de 100 años a temperatura ambiente [136], es importante destacar que nuestro resultado funciona como cota mínima debido a que el ensayo **A** se extendió solamente 168 h y no se detectaron *bit-flips* en el transcurso del tiempo.

El ensayo **B** también arrojó resultados satisfactorios. Aunque la temperatura del estrés fue programada para alcanzar -50 °C LabOSat registró -42 °C de mínima. Este valor es levemente inferior a la temperatura mínima nominal de operación de casi todos los componentes COTS del controlador (-40 °C) con la excepción del Zener y el sensor de temperatura (-55 °C). No obstante, durante **B** la información reportada indica que LabOSat tuvo un excelente desempeño. El sistema estuvo sometido a bajo cero por más de 2 h y no se observaron errores críticos. Las comprobaciones de CRC y los periféricos de SPI no se vieron afectados. El módulo de direccionamiento y la SMU funcionaron correctamente.

Respecto del ensayo **C** podemos decir que la temperatura máxima alcanzada fue 150 °C, mayor que lo indicado por los fabricantes de los componentes

de LabOSat (85 o 125 °C según el componente). Como se mencionó en la Sección pasada, una de las variables que más impacta en las mediciones es la tensión de referencia interna V_{REF} que usa el ADC. Durante este ensayo registramos V_{REF} mediante un multímetro Fluke 43. Las mediciones se muestran en la Figura 9.5. En el gráfico podemos observar que la tensión de referencia disminuye al aumentar la temperatura. El ajuste lineal según la Ecuación 9.2 devuelve un coeficiente de temperatura c igual a (0.107 ± 0.006) mV/°C en acuerdo con los valores nominales brindados por el fabricante. Esta pequeña deriva implica que todos los cálculos aplicados sobre mediciones realizadas por LabOSat deben estimar que existe una dependencia de V_{REF} con la temperatura del momento. Como el controlador no puede registrar el voltaje de referencia, implementamos la Ecuación 9.2 vía software extrapolando a todo el rango de temperaturas validado, i.e. -50 a 150 °C, y usando $T_{\text{amb}} = 25$ °C, $V_{T_{\text{amb}}} = (2.533 \pm 0.002)$ V. La implementación de esta corrección se ejemplifica con el funcionamiento del módulo SVS.

$$V_{\text{REF}}(T) = V_{T_{\text{amb}}} + c(T - T_{\text{amb}}) \quad (9.2)$$

En la Figura 9.5b podemos ver la tensión de alimentación monitoreada por LabOSat durante los ensayos **B** y **C**. La tensión de alimentación suministrada por el emulador fue constante durante los ensayos (~ 12 V). Al observar cómo se comporta el módulo frente a cambios de temperatura advertimos que presenta variaciones en sus registros. Del gráficos podemos concluir que la relación entre la medición y la temperatura es decreciente, i.e. a mayor temperatura, menor tensión de alimentación medida. Esta dependencia probablemente esté asociada a la dependencia en temperatura del par Zener-opamp que se ubica en la entrada del ADC³. Examinando la curva sin corregir, observamos que para pequeños rangos de temperatura, por ejemplo entre 90 y 110 °C, el valor calculado de V_{sup} aparenta ser constante. Al considerar la deriva de la tensión de referencia del ADC, en la curva corregida, este artificio es eliminado logrando un aumento efectivo de la resolución del módulo SVS. Originalmente, la resolución de la señal V_{sup} está determina-

³El comportamiento del Zener y de un circuito similar al del SVS fue estudiado detalladamente y se encuentra en el Apéndice D.

da por el divisor resistivo en la entrada del circuito (esquemático en la Figura). Sin corrección de V_{REF} , la resolución es 6.31 mV mientras que al implementar la corrección en el procesamiento de datos tenemos una resolución 0.10 mV, un orden de magnitud menor.

Por otra parte, al igual que en **B**, el ensayo **C** pasó todas las comprobaciones de CRC y la comunicación mediante SPI no se vio afectada en ningún momento por la elevada temperatura. Sin embargo, al analizar la respuesta de la SMU mediante los dispositivos de control, observamos un comportamiento no esperado: a partir de $\sim 75^\circ\text{C}$ el módulo de medición de la SMU reporta siempre el canal de ADC de máxima amplificación saturado. Para entender este comportamiento fue necesario caracterizar los componentes individuales del módulo de medición (Zener y opamps). La discusión de los resultados nos permitió comprender en detalle el funcionamiento de la SMU de LabOSat. El análisis detallado escapa a los objetivos de esta Sección pero puede encontrarse en el Apéndice D.

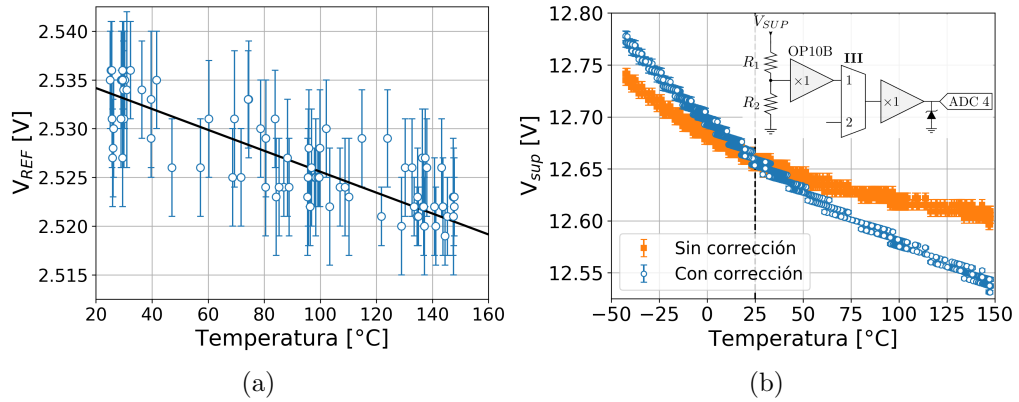


Figura 9.5: (a) V_{REF} interna generada por el MCU para el módulo de ADC en función de la temperatura. Regresión lineal en negro. (b) Tensión de alimentación medida por LabOSat durante los ensayos **B** y **C**. Curvas con y sin corrección de deriva térmica de la SMU ($V_{REF}(T)$). En el vértice superior se muestra un esquemático simplificado del módulo SVS.

Por último, realizamos una caracterización sobre los multiplexores y llaves COTS que emplea LabOSat para seleccionar los DUTS. Tal como se mencionó en el Capítulo anterior, los canales activos de los multiplexores aportan una resistencia del orden de los 100 Ω en las configuraciones experi-

mentales (Figura 8.6 de la Sección 8.4). En lo que sigue mostramos a modo de ejemplo el resultado obtenido para los canales de los multiplexores DG406 que seleccionan los DUTs de 2-t. La caracterización se realizó a diferentes temperatura y variamos la tensión de alimentación entre 10 y 13 V, al mismo tiempo que inyectamos una rampa de corriente por el canal. El resultado de esta caracterización se muestra con mapas de calor $R_{ON}(V, I)$ para una dada T . La Figura 9.6 muestra la resistencia de un canal representativo del multiplexor para diferentes temperaturas.

La primera observación que podemos hacer es el aumento de resistencia al forzar mayor corriente por el canal. A temperatura ambiente, cuando por el canal circulan del orden de 1 mA la resistencia es prácticamente el doble que a 1 μ A, 77 Ω y 37 Ω , respectivamente. Esto hace que durante la medición de la curva I - V de algún dispositivo tengamos que considerar que parte de la variación observada en la medición es una contribución del canal de la llave a menos que implementemos un algoritmo de corrección que contemple esta variación. En contraposición a considerar una R_{on} constante, esta variación puede resultar significativa en dispositivos de baja resistencia dinámica o despreciable en caso de trabajar con DUTs con resistencias dinámicas del orden de los 10 k Ω o más.

También podemos observar que, a medida que incrementamos la temperatura de operación, la resistencia $R_{ON}(V, I)$ aumenta para todo V e I . Esto ocasiona que en aplicaciones de alta temperatura las resistencias parásitas pesen aún más en las Ecuaciones 8.3 a 8.6. A pesar de haber realizado la caracterización en un corto período de tiempo como para evaluar el desempeño frente a un estrés de temperatura prolongado, cabe destacar que esta caracterización demostró que los multiplexores y las llaves pueden operar más allá de su temperatura nominal máxima de 85 °C.

Por último, decidimos reformular las Ecuaciones 8.3 - 8.6 ya que hemos ignorado el hecho de que las resistencias de las R_{on} son funciones de la temperatura, de la tensión de alimentación y de la corriente que circula por el canal como recientemente observamos. Es decir, las resistencias parásitas $R_{1,2,4}$ pasar a ser $R_{1,2,4}(T, V_{sup}, I_{dut})$.

Cuando controlamos corriente (Ecuaciones 8.5 y 8.6), considerar estas co-

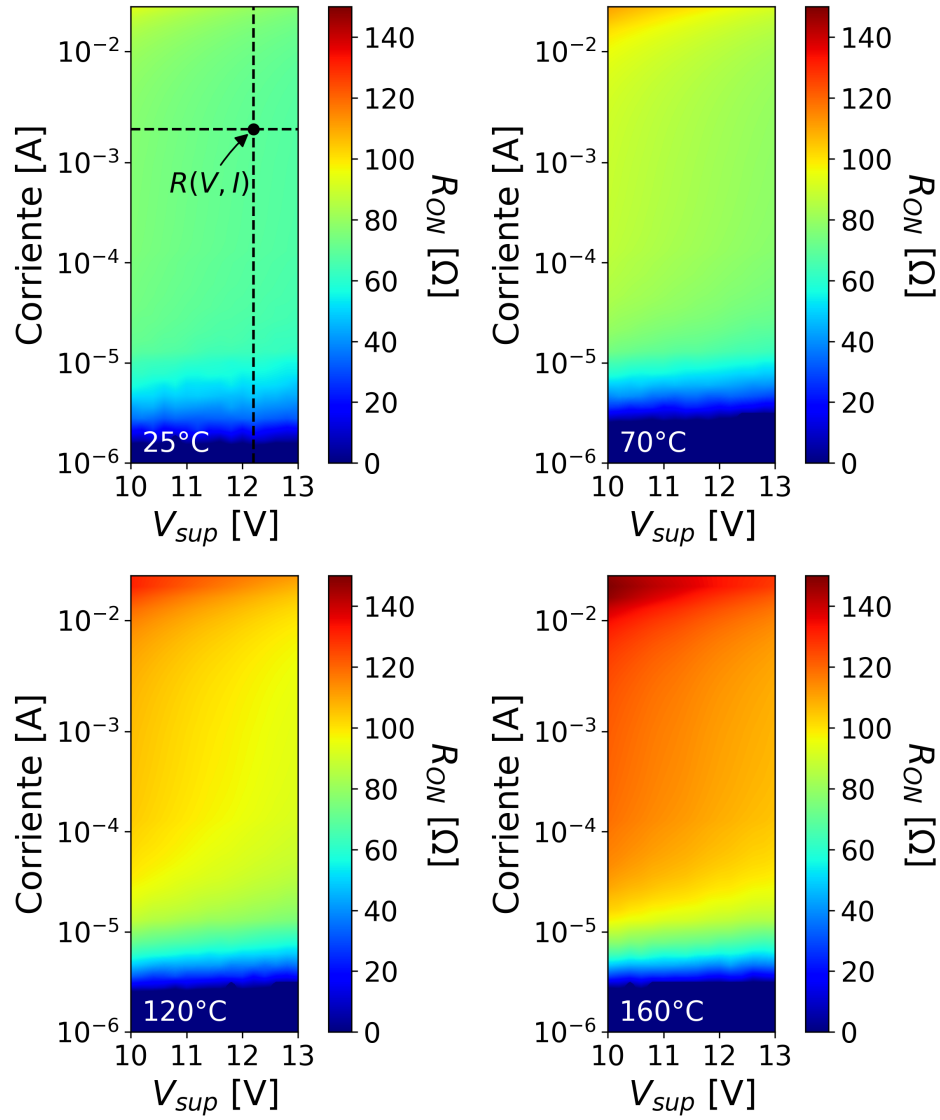


Figura 9.6: Mapa de R_{ON} de los canales del multiplexor DG406 de Vishay en función de la tensión de alimentación y corriente para diferentes temperaturas.

recciones no introduce mayores modificaciones en los cálculos ya que conocemos la respuesta de R_4 frente a estas variables. Por el contrario, al incorporar estas consideraciones cuando controlamos tensión (Ecuaciones 8.3 y 8.4) nos

lleva al siguiente sistema de ecuaciones:

$$I_{\text{dut}} = \frac{V_{\text{meas}}}{R_s} = \frac{V_{\text{meas}}}{R_{\text{shunt}} + R_{\text{mux}}(T, V_{\text{sup}}, I_{\text{dut}})} \quad (9.3)$$

$$\begin{aligned} \Delta V_{\text{dut}} = V_{\text{source}} - V_{\text{meas}} - I_{\text{dut}} [R_1(T, V_{\text{sup}}, I_{\text{dut}}) \\ + R_2(T, V_{\text{sup}}, I_{\text{dut}})] \end{aligned} \quad (9.4)$$

Para obtener el valor exacto de R_{ON} para una dada T , V_{sup} y I usamos una interpolación trilineal basándonos en los datos de la Figura 9.6. Como puede verse en la Ecuación 9.3, después de evaluar la función con la temperatura (T_0) y la tensión medida (V_0), el problema para determinar la corriente que circula a través del dispositivo no es lineal:

$$I_{\text{dut}} = \frac{V_{\text{meas}}}{R_{\text{shunt}} + R_{\text{mux}}(T, V_{\text{sup}}, I_{\text{dut}})} \Big|_{T_0, V_0} \rightarrow x = \frac{a}{b + f(x)} \quad (9.5)$$

donde x es I_{dut} , a y b son V_{meas} y R_{shunt} respectivamente, y $f(x)$ es $R_{\text{mux}}(T_0, V_0, x)$. Este problema es equivalente a encontrar las raíces de una nueva función $g(x) = x - \frac{a}{b+f(x)}$ y es fácil de resolver mediante la implementación del método numérico Newton-Raphson.

Una vez que encontramos I_{dut} , la Ecuación 9.4 nos da el voltaje sobre el DUT. V_{source} es calculado usando la caracterización de la fuente, y R_1 y R_2 son las R_{ON} obtenidas.

Vale aclarar que el resto de nuestro diseño usa resistencias de película gruesa cuyo TCR⁴ puede llegar a las ~ 200 ppm/°C. Esto quiere decir que para percibir variaciones importantes en estos elementos (5 %) la temperatura debe alcanzar los 225 °C según $R(T) = R_{T_{\text{amb}}} [1 + \text{TCR}(T - T_{\text{amb}})]$. En conclusión, las variaciones de las resistencias de película gruesa pueden despreciarse y solo debemos tener en cuenta las variaciones de las resistencias de los multiplexores y llaves.

⁴ *Temperature Coefficient of Resistance.*

9.3. Caracterización del módulo de dosimetría

Idealmente, el módulo de dosimetría de LabOSat fue pensado para polarizar el *gate* de los dosímetros (transistores pMOS) de tal forma que, cada vez que se realiza una medición, siempre circule la misma corriente por el canal del transistor. Esto es debido a que la sensibilidad caracterizada frente a dosis gamma se realiza a una corriente constante. El valor de esta corriente no es elegido arbitrariamente sino que resulta ser el punto ZTC (*Zero Temperature Coefficient*) del transistor, I_{ZTC} . Esto es, el punto de la curva I_{DS} vs. V_{GS} tal que los efectos inducidos por variaciones de temperatura se ven compensados (coeficiente positivo de la movilidad de los portadores y coeficiente negativo de la tensión umbral V_{th} [139]). En los dosímetros utilizados en LabOSat $I_{ZTC} = 270 \mu A$ [127]. Este punto se ubica en la región de saturación del transistor donde:

$$I_{DS} = k(V_{GS} - V_{th})^2 \quad (9.6)$$

aquí, k depende los parámetros geométricos del canal, la movilidad de los portadores y la capacidad del óxido según $k = \frac{W}{2L}\mu C_{ox}$ y hemos despreciado la modulación de la longitud del canal saturado [140].

Como hemos mencionado en la Sección 8.4.1 que la dosis acumulada es obtenida mediante la medición de V_{GS} . Si los dosímetros son irradiados se espera que exista un corrimiento de la tensión umbral y, por ende, al estar inyectando una corriente constante, se espera observar un corrimiento de V_{GS} tal como se describe gráficamente en la Figura 9.7a. Invirtiendo la Ecuación 9.6 obtenemos:

$$V_{GS} = V_{th} + \sqrt{\frac{I_{DS}}{k}} \quad (9.7)$$

por lo que es claro que, asumiendo que k no cambia con la dosis acumulada, la medición de V_{GS} sólo dependerá del valor de la corriente inyectada I_{DS} o, como la llamamos previamente, I_S . En la Ecuación 8.1, esta corriente

resultaba proporcional a la tensión de alimentación. En concreto, por diseño $I_S = V_{\text{sup}} \frac{1-\alpha}{R_S}$ con $\alpha = \frac{R_2}{R_1+R_2} \cong 0.773$ y $R_S = 10 \text{ k}\Omega$ (ver esquemático en Apéndice C). Dado que el controlador fue diseñado para operar con una tensión de alimentación de 12 V, obtenemos $I_S \cong 272 \mu\text{A}$.

Una calibración del módulo de dosimetría nos permite observar que existe un pequeño corrimiento de lo proyectado por el diseño. La caracterización del módulo se realizó utilizando las SMUs de un Keithley SCS-4200, variando la tensión de alimentación V_{sup} y registrando la corriente del *source* y la tensión del *gate* del dosímetro. Los resultados pueden apreciarse en la Figura 9.7b. Asumiendo que la tensión de alimentación de LabOSat se mantiene constante a 12 V, la corriente que circula por el dosímetro resulta ser $283 \mu\text{A}$, en otras palabras, $10 \mu\text{A}$ más de lo calculado. A este valor de corriente, las variaciones de V_{GS} introducidas por variaciones de temperatura son aproximadamente $+0.1 \text{ mV}/^\circ\text{C}$ según lo analizado por el grupo en [127]. Como veremos en la Sección 10.3 estas variaciones serán despreciables frente a los corrimientos de V_{GS} observados.

Es importante entonces resaltar el comportamiento del módulo frente a la tensión de alimentación. LabOSat nos permite comparar las mediciones de V_{GS} en función del tiempo siempre y cuando la tensión de alimentación no cambie. En caso contrario, tendremos una alteración en la corriente del *source* y, por ende, en la medición de la tensión del *gate* respecto del *source*. Si esto sucede, no es posible utilizar la sensibilidad s caracterizada a $I_S = 270 \mu\text{A}$ para estimar la dosis total ionizante absorbida. Esto se expone en la Figura 9.7c.

Vale aclarar que conociendo la curva característica del dosímetro estas alteraciones pueden ser corregidas. El mecanismo para corregir las mediciones de V_{GS} se ilustra en la Figura 9.7d. Para poder usar la sensibilidad calibrada a $270 \mu\text{A}$ se trasladan todas las mediciones al punto $(V_{\text{GS}@270}, 270 \mu\text{A})$. Asumiendo que la carga acumulada sólo cambia el V_{th} del transistor y no el k , la transformación es no-lineal:

$$V_{\text{GSa}} = V_{\text{GS270}} - \left(\sqrt{\frac{I_{\text{DSa}}}{k}} - \sqrt{\frac{270 \mu\text{A}}{k}} \right) \quad (9.8)$$

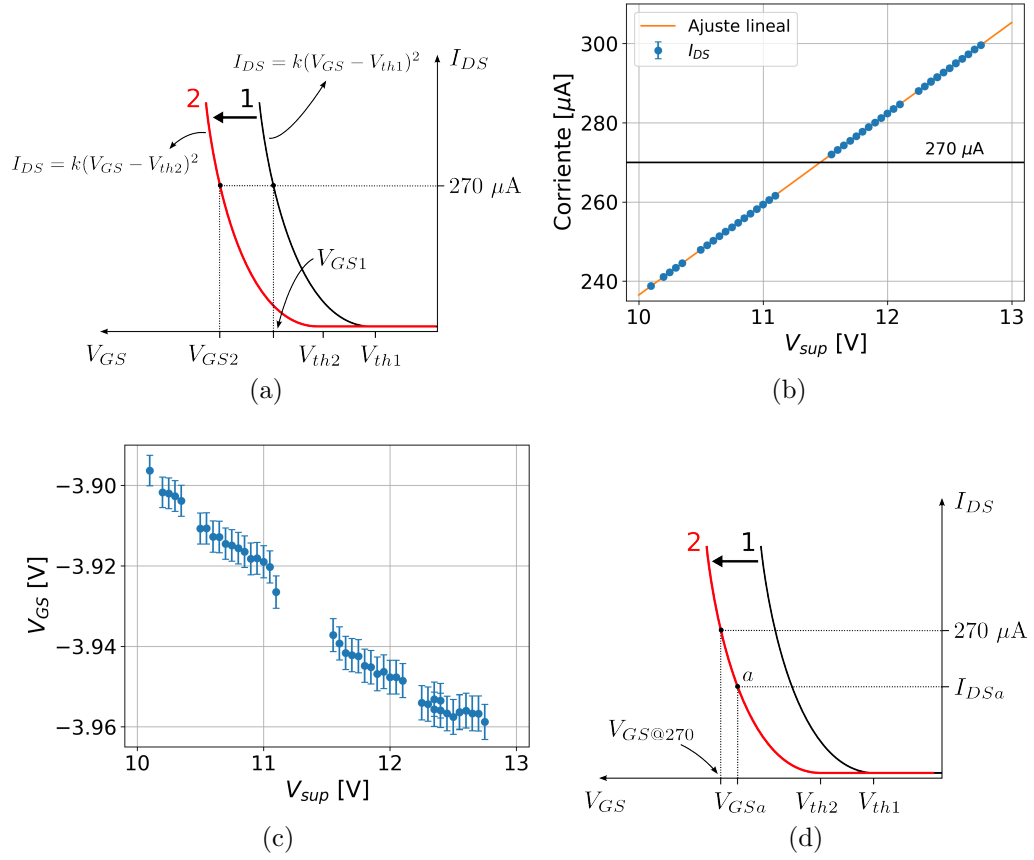
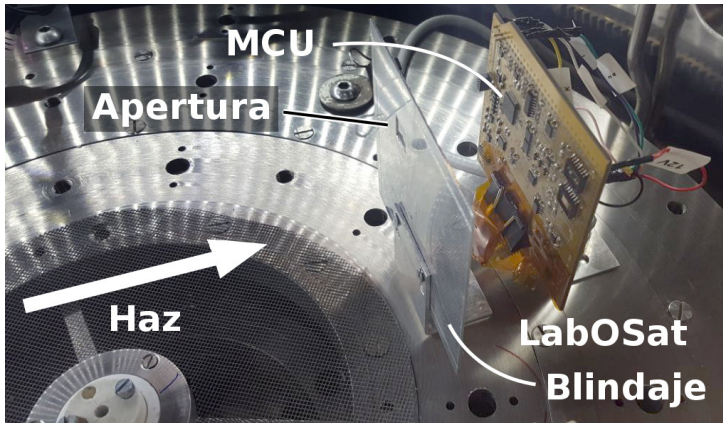


Figura 9.7: Caracterización del módulo de dosimetría. (a) Principio de operación del módulo de dosimetría. (b) Calibración del módulo frente a V_{sup} . (c) Efecto que producen las variaciones de V_{sup} en V_{GS} del dosímetro. (d) Esquema de corrección frente a variaciones de I_{DS} producidas por V_{sup} . V_{GSa} e I_{DSa} medidos a una tensión de alimentación diferente de 12 V.

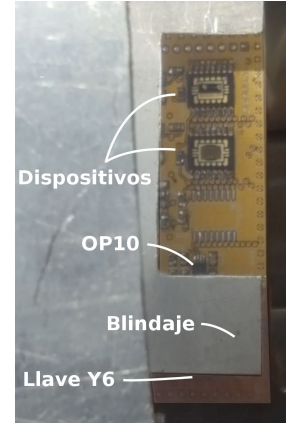
donde “a” es el punto registrado por LabOSat a una dada tensión de alimentación. De esta forma, la transformación propuesta es independiente de V_{th} punto a punto. Por otro lado, esta aproximación supone que todas las mediciones se hicieron a la misma temperatura. Pero, como mencionamos previamente, las variaciones de temperatura producen correcciones de mayor orden, despreciables para nuestras variaciones. Estas correcciones serán utilizadas en los resultados reportados en la Sección 10.3.

9.4. Caracterización bajo haz de protones

En esta caracterización nos limitamos a ensayar el microcontrolador que utiliza LabOSat. La irradiación se llevó a cabo en la Línea EDRA del Departamento de Energía Solar en el acelerador tipo tandem [141] llamado Tandar en el CAC-CNEA. La prueba consistió en la irradiación del MCU MSP430F1612 de encapsulado LQFP⁵ de $1 \times 1 \text{ cm}^2$ de área con protones de 10 MeV durante breves intervalos de tiempo mientras estaba alimentado con 3.3 V en estado IDLE. Entre irradiaciones, analizamos la integridad de todos los sectores de memoria donde tenemos almacenado el firmware. La integridad fue evaluada mediante el cálculo de CRC-16 en 98 sectores de 512 B donde tenemos almacenado el firmware (Sección 8.3.1) y el cálculo de un único CRC-16 de todo el firmware. La solicitud y descarga de los datos se realizó por SPI usando el emulador de satélite. La configuración experimental puede verse en la Figura 9.8. Los 99 valores de CRC generados en cada solicitud fueron almacenados en un sector diferente de la memoria flash.



(a) Ensayo del MCU.



(b) Ensayo sobre DUTs.

Figura 9.8: (a) Configuración experimental para el ensayo de protones del MCU de LabOSat. Imagen de la cámara de irradiación de la facilidad. (b) Configuración experimental utilizada para ensayar dispositivos de RS basados en TiO_2 . Se señala la posición de la llave Y6 y el opamp OP10 que manifiestan fallas durante el ensayo con protones.

Se irradiaron 2 intervalos de 10 s con flujos de $8.34 \cdot 10^8 \text{ p/cm}^2\text{s}$, y luego

⁵Low-profile Quad Flat Package.

4 intervalos de 20 s con flujos entre 8.34 y $34.1 \cdot 10^8$ p/cm²s. El experimento concluyó con la última irradiación de 20 s, cuando alcanzamos una fluencia acumulada de $1.71 \cdot 10^{11}$ p/cm² y no pudimos comunicarnos con el MCU. En la Tabla 9.2 podemos ver un resumen de la experiencia. Los flujos y fluencias fueron obtenidos a partir de mediciones de la corriente producida por el haz sobre copas de Faraday.

Tabla 9.2: Intervalos de irradiación sobre el MCU MSP430F1612 de Texas Instruments que utiliza LabOSat. Especie: protones de 10 MeV en Tandar CAC-CNEA. CRC OK: cantidad de sectores de 512 B que mantienen el CRC-16 original. SPI: comunicación por SPI vía periférico USART1 lograda. *: CRC no calculado vía SPI.

Flujo [p/cm ² s]	Intervalo [s]	Fluencia [p/cm ²]	Fluencia acumulada [p/cm ²]	CRC OK	SPI
$8.34 \cdot 10^8$	10.3	$8.65 \cdot 10^9$	$8.65 \cdot 10^9$	98	✓
$8.34 \cdot 10^8$	10.2	$8.58 \cdot 10^9$	$1.72 \cdot 10^{10}$	98	✓
$8.32 \cdot 10^8$	20.5	$1.71 \cdot 10^{10}$	$3.43 \cdot 10^{10}$	98	✓
$1.68 \cdot 10^9$	20.8	$3.49 \cdot 10^{10}$	$6.92 \cdot 10^{10}$	98	✓
$1.70 \cdot 10^9$	19.6	$3.34 \cdot 10^{10}$	$1.03 \cdot 10^{11}$	98	✓
$3.41 \cdot 10^9$	20.0	$6.81 \cdot 10^{10}$	$1.71 \cdot 10^{11}$	97*	✗

Como resultado de la experiencia podemos destacar varios aspectos. En primer lugar, ningún sector de memoria manifestó un error de CRC hasta una dosis acumulada de $1.03 \cdot 10^{11}$ p/cm². Esto implica que hasta esa dosis no ocurrió ningún *bit-flip* en los 48 kB de memoria flash del firmware. También, podemos decir que la comunicación SPI funcionó correctamente.

Luego de esa dosis, entre 1.03 y $1.71 \cdot 10^{11}$ p/cm², no se pudo enviar ninguna instrucción al microcontrolador por SPI. La imposibilidad de iniciar la comunicación después del leve incremento en la fluencia acumulada implica una falla en el módulo periférico de comunicación USART del MCU. Posteriormente, accediendo vía el puerto JTAG realizamos un análisis de la memoria flash byte a byte que expuso un sólo *bit-flip* (de 1 a 0) en 49 kB. Vale aclarar entonces que la comprobación de CRC que figura en la Tabla 9.2 con un asterisco (*) fue estimada a partir de esta observación. En rigor no fue calculada por el microcontrolador.

A pesar de que con protones solo estudiamos el MCU y no otros módulos

de LabOSat, en la Sección 10.2 narramos la caracterización bajo un haz de protones sobre los dispositivos de TiO_2 usando LabOSat. Durante ese experimento blindamos toda la plataforma con una lámina de aluminio de 2 mm de espesor dejando una ventana sobre los dispositivos con el objetivo de que queden expuestos a la radiación (Figura 9.8b). Según simulaciones realizadas con TRIM (software SRIM), la longitud de penetración⁶ de protones en aluminio es $\sim 650 \mu\text{m}$ por los que el blindaje debería ser suficiente para proteger a LabOSat y poder estudiar únicamente a los DUTs. Sin embargo, durante el experimento detectamos fallas tempranas en el módulo SVS y no tan tempranas en la SMU. Al analizar la configuración experimental, notamos que la lámina protectora de Al no cubrió por completo la placa y sus bordes dispersaron el haz causando un daño sobre los IC pertenecientes a estos módulos.

Particularmente, en el caso del módulo SVS observamos una caída en la tensión de alimentación como puede verse en la Figura 9.9. Para fluencias acumuladas menores a $\sim 2 \cdot 10^{10} \text{ p/cm}^2$ el módulo SVS funciona correctamente. Sin embargo, al aumentar la fluencia el módulo comienza actuar de manera inesperada reportando tensiones de alimentación diferentes a las suministradas. Luego del cuarto intervalo⁷, ejecutamos varios Test Estándar sin irradiar para comprobar el estado del controlador. Observamos que al dejar de irradiar, el módulo SVS exhibe un comportamiento errático hasta estabilizarse. Esto sugiere que el impacto de la radiación sobre la operación del módulo no es inmediato. Continuando con la irradiación, luego del quinto intervalo, acumulando una fluencia de $8.57 \cdot 10^{12} \text{ p/cm}^2$, observamos una caída abrupta del valor medido. Llegando a fluencias mayores a 10^{12} p/cm^2 LabOSat comienza a reportar aproximadamente 0 V.

Analizando el arreglo experimental, pudimos identificar que este desperfecto ocurrió en uno de los amplificadores operacionales (OP10B) que se encontraba prácticamente expuesto, sin blindaje (Figura 9.8b). El diagnóstico obtenido mediante una inspección eléctrica posterior al ensayo, indicó una

⁶Estimada como *stopping range* + *straggling* a partir de la interacción de 10 mil iones con aluminio puro.

⁷En el Apéndice E, la Tabla 10.5 contiene los valores de flujos y fluencias utilizados en ese experimento en particular.

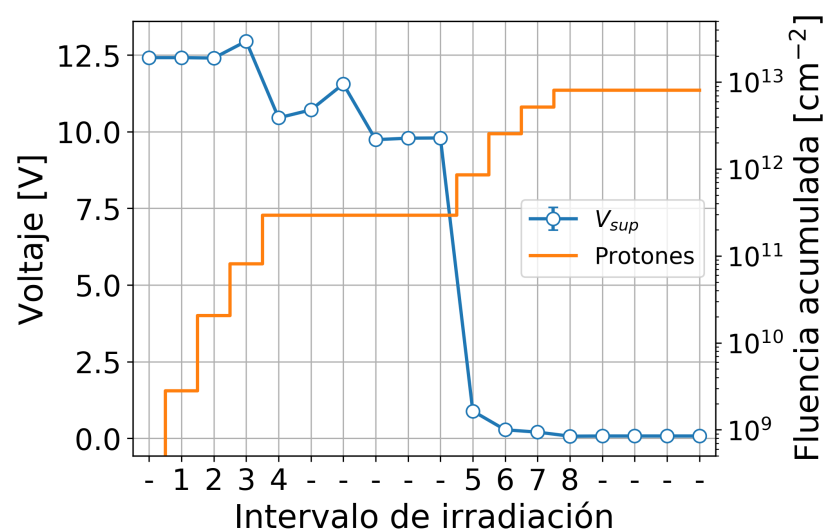


Figura 9.9: Tensión de alimentación registrada por LabOSat durante el experimento de irradiación de ReRAM con protones. Las fluencias de este experimento son diferentes a las utilizadas en la prueba del MCU. Cada medición de V_{sup} se realizó posteriormente al intervalo de irradiación correspondiente. El experimento completo se describe en la Sección 10.2. Cada intervalo marcado con un “-” corresponde a la ejecución de un Test Estándar sin irradiación previa.

falla en su configuración como seguidor (Figura 9.5b).

Por otro lado, gracias a los dispositivos de control que posee LabOSat pudimos determinar que la falla en la SMU estaba relacionada con la fuente de corriente. A partir de un análisis de las mediciones y la posterior inspección pudimos estimar que los elementos que se dañaron en la SMU fueron las llaves que configuran la fuente de corriente alta y baja. Precisamente, observamos que las llaves (llaves Y6A e Y6B integradas en el IC Y6) no cambiaban de estado ON/OFF al imponer los cambios de tensión correspondientes en sus entradas de selección (0 V o 3.3 V). Esto produjo que la SMU de LabOSat no tenga la opción de cambiar entre la fuente de corriente alta o baja. Además, la corriente entregada por la SMU sufrió una modificación en sus límite máximo invalidando la calibración de la Sección 9.1. Inclusive llegamos a observar la pérdida de la respuesta lineal entre corriente inyectada y cuentas de DAC1. En el Apéndice E exponemos un análisis detallado de la falla registrada en la SMU junto con simulaciones que respaldan nuestras conclusiones.

9.5. Caracterización bajo haz de neutrones

En cuanto al rendimiento de LabOSat bajo radiación neutrónica, podemos aludir a los dos ensayos que realizamos sobre el controlador completo. El primero, considerado como una prueba preliminar, se realizó bajo un campo mixto de neutrones y fotones gamma en la facilidad de Neutrografía del reactor nuclear de investigación RA-6 del CAB-CNEA en Bariloche, con la colaboración de Julio Marín y José Lipovetzky. La configuración experimental de esta prueba se encuentra en la Figura 9.10. En el segundo ensayo expusimos el mismo controlador a un campo puro de neutrones térmicos disponible en la facilidad de Terapia de Captura Neutrónica por Boro (BNCT por sus siglas en inglés) del mismo reactor operando a la misma potencia. En esta oportunidad, la colaboración de José Lipovetzky y Juan Longhino fue fundamental para el desarrollo del experimento. A continuación desglosamos los resultados de ambas experiencias. En ambas oportunidades LabOSat estuvo comandado por el emulador de satélite ubicado fuera del flujo neutrónico en condiciones normales de presión y temperatura. En ambos ensayos el reactor fue operado a 500 kW.

Con campo mixto de neutrones y fotones gamma

LabOSat estuvo sometido a una tasa de dosis constante de 0.8 Gy/h de fotones gamma y un flujo neutrónico según la Tabla 9.3 durante 5 h [142, 143]. Durante el experimento, LabOSat ejecutó 11 Tests Estándar separados por varios minutos con el fin de evaluar el desempeño de los módulos analógicos y la retención de la memoria flash. De esta forma, el controlador estuvo operativo ejecutando las rutinas el 16 % del tiempo del ensayo. El 84 % restante permaneció en modo IDLE. Los resultados de esta prueba fueron prometedores ya que la comprobación de CRC tanto del firmware como de los reportes fue exitosa. El sensor de temperatura no mostró lecturas fallidas, devolviendo valores consistentes con la temperatura ambiente. La tensión de alimentación fue sensada correctamente y la SMU superó exitosamente las rutinas de verificación con los dispositivos de control. No se midieron otros dispositivos 2-t o 3-t. Los resultados positivos de esta prueba preliminar implican que La-

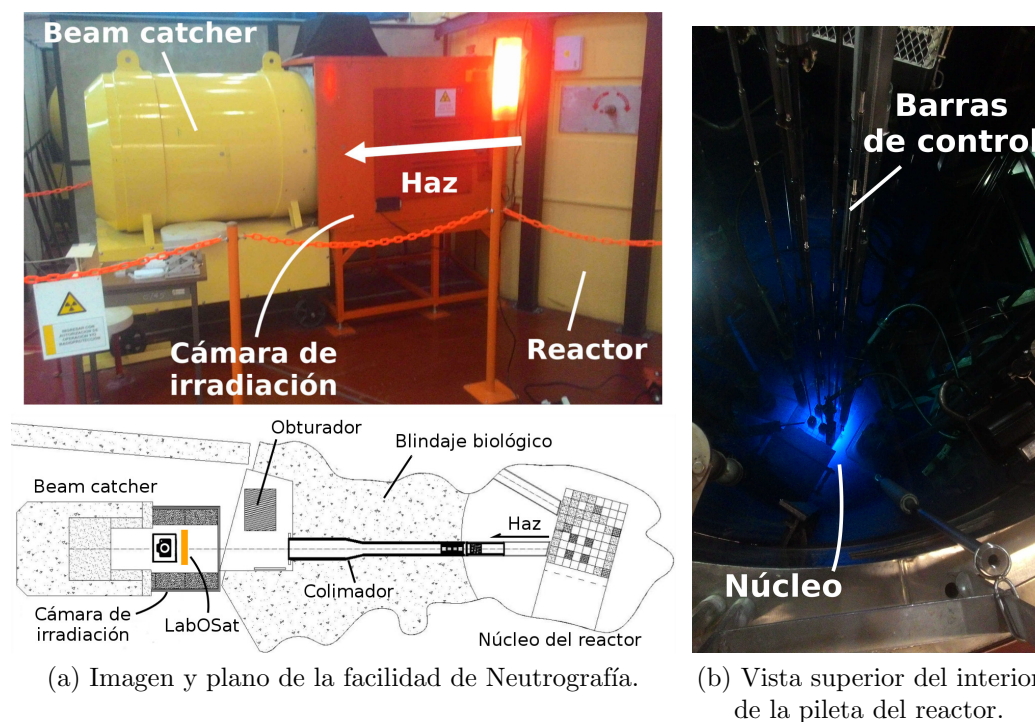


Figura 9.10: Reactor nuclear de investigación RA-6 de Bariloche. (a) Facilidad de Neutrografía del reactor. Información detallada en [142]. (b) Pileta abierta del reactor con agua pesada. Se observan las barras de control absorbentes con sus guías y las barras de combustible del núcleo. Reactor operativo a 500 kW. El destello azul es radiación Cherenkov generada por los e^- secundarios generados por fotones γ .

bOSat puede soportar sin inconvenientes las fluencias reportadas en la Tabla 9.3 y una dosis total ionizante 4 Gy_γ . Cabe destacar que esta dosis gamma es equivalente a un año en una órbita LEO con 1 mm de blindaje de Al como discutiremos en la Sección 10.3.

Tabla 9.3: Flujos φ y fluencias Φ sobre LabOSat durante las 5 h del experimentos realizado en la facilidad de Neutrografía del RA-6 mientras el reactor fue operado a 500 kW.

	φ [n/cm ² s]	Φ [n/cm ²]
Térmicos	$2.54 \cdot 10^6$	$4.57 \cdot 10^{10}$
Epitérmicos	$2.93 \cdot 10^4$	$5.27 \cdot 10^8$
Rápidos	$1.36 \cdot 10^4$	$2.45 \cdot 10^8$

Con campo de neutrones de gran flujo

En este experimento el controlador fue irradiado con un flujo constante durante 5 h. La composición del haz se divide en neutrones térmicos, principalmente, y una componente menor de epitérmicos. La configuración experimental de este ensayo puede ver en la Figura 9.11. El haz de neutrones tiene una sección circular de 20 cm de diámetro con un máximo en el centro [144]. El controlador fue centrado respecto del haz de tal forma de maximizar la radiación incidente sobre la región de los DUTs. Para producir un mayor flujo, detrás de LabOSat se colocaron varias tablas de poliestireno (fantoma) generando un bloque de 20 cm de espesor con el fin de reflejar la componente de neutrones térmicos del haz incidente. Además, cerca de los dispositivos y sobre el microcontrolador ubicamos hojuelas (*pellets*) de una aleación de oro y cobre para estimar la fluencia total recibida por LabOSat. Los flujos y fluencias sobre los DUTs y sobre el MCU se hallan en la Tabla 9.4. Señalamos la posición de tres llaves ADG5413 con números romanos I, II y III ya que discutiremos su rendimiento. A partir del resultado favorable en Neutrografía, también ensayamos dispositivos de ReRAM. Sin embargo, solo analizaremos los referidos al desempeño de LabOSat.

Nuevamente, en este experimento, el controlador ejecutó rutinas Tests Estándar. Para ello, configuramos la SMU en el modo de baja corriente para inyectar pulsos de lectura de $118 \mu\text{A}$ de 30 ms sobre los dispositivos de control. También configuramos el mismo estímulo en corriente para excitar dispositivos *cross-point* de TiO_2 . Estos fueron configurados en tres grandes rangos de resistencia: 1 - $0.1 \text{ M}\Omega$, 100 - $10 \text{ k}\Omega$ y 1 - $0.1 \text{ k}\Omega$. La caracterización de la SMU junto con simulaciones de LTspice muestran que la fuente de corriente puede manejar cargas de hasta $93 \text{ k}\Omega$ sin saturar en tensión mientras inyecta $118 \mu\text{A}$. Por consiguiente, las cargas del rango más elevado obligan a la fuente a suministrar corrientes inferiores a las deseadas debido a la limitación de potencia. En este experimento, la potencia disponible fue 1.33 mW.

Durante la irradiación LabOSat ejecutó las rutinas consecutivamente cada 2 min mientras monitoreamos *on-line* su funcionamiento. Al cabo de 4

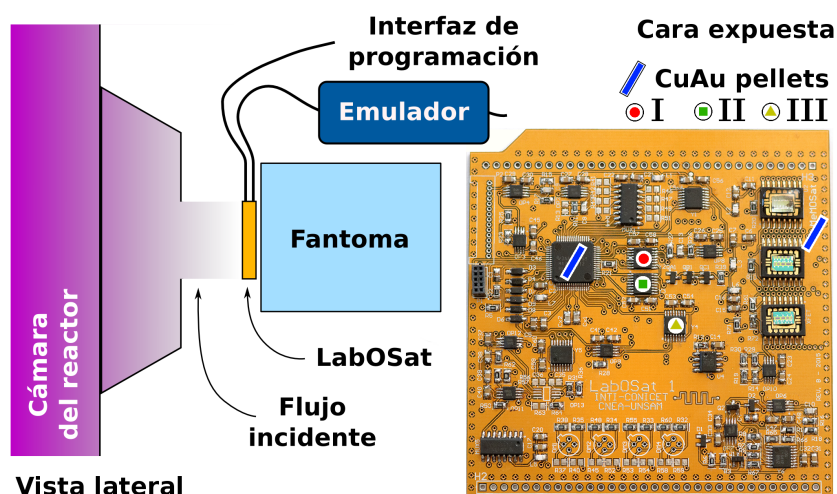


Figura 9.11: Configuración experimental para el ensayo con neutrones térmicos de mayor flujo. Vista lateral de la facilidad del reactor y la posición de la placa LabOSat. La irradiación tuvo lugar en la instalación BNCT del reactor nuclear RA-6 de CNEA en Bariloche. En la vista superior de la cara irradiada, se muestra la ubicación de los *pellets* de CuAu para estimar la fluencia recibida. Se indican las posiciones de tres llaves ADG5413 que manifestaron fallas. Etiquetadas como I, II y III.

Tabla 9.4: Flujos φ y fluencias Φ sobre DUTs y MCU de LabOSat obtenidas mediante sensores de CuAu en la facilidad de BNCT del reactor RA-6 operado a 500 kW. Las incertezas sobre los neutrones térmicos son del 4% mientras que para los epitérmicos 10%.

		Térmicos		Epitérmicos	
		φ [n/cm ² s]	Φ [n/cm ²]	φ [n/cm ² s]	Φ [n/cm ²]
2 h	MCU	$4.02 \cdot 10^8$	$3.07 \cdot 10^{12}$	$1.99 \cdot 10^8$	$1.43 \cdot 10^{12}$
	DUTs	$4.80 \cdot 10^8$	$3.66 \cdot 10^{12}$	$2.11 \cdot 10^8$	$1.52 \cdot 10^{12}$
5 h	MCU	$4.02 \cdot 10^8$	$7.24 \cdot 10^{12}$	$1.99 \cdot 10^8$	$3.58 \cdot 10^{12}$
	DUTS	$4.80 \cdot 10^8$	$8.64 \cdot 10^{12}$	$2.11 \cdot 10^8$	$3.80 \cdot 10^{12}$

h detectamos un comportamiento inesperado en la alimentación del controlador. *Ipso facto* detuvimos el funcionamiento de LabOSat remotamente, removimos la alimentación y comprobamos el funcionamiento del emulador. El haz de neutrones no fue obturado⁸ por lo que el controlador continuó bajo radiación todo el tiempo. Luego de algunos minutos, LabOSat fue puesta en marcha nuevamente hasta concluir las 5 h de irradiación. El módulo SVS

⁸Dentro de la cámara de irradiación de BNCT, la facilidad no cuenta con un obturador para el haz.

había presentado una falla. Los datos registrados en la última hora fueron descargados correctamente superando las pruebas de CRC-16.

Finalizado el ensayo, la radiactividad de la placa superaba los niveles permitidos para manipularla por lo que no fue posible inspeccionarla de inmediato. Luego de 24 h de reposo, adquirimos el espectro energético de la actividad mediante la técnica, *Delayed Gamma and Beta-ray Neutron Activation Analysis* (DGNAA) empleando un detector de Ge puro enfriado con LN_2 . Una inspección posterior en nuestros laboratorios permitió completar el diagnóstico del desempeño.

Entre los resultados de este experimento destacamos que no se detectaron fallas en los sectores de memoria del firmware del microcontrolador durante las 5 h de irradiación. Indirectamente, los módulos periféricos configurados como SPI que comunican a LabOSat con su sensor de temperatura y con el emulador pasaron la prueba sin evidenciar errores de comunicación. Comparando con el ensayo preliminar, el MCU soportó fluencias dos órdenes de magnitud más elevadas.

Por el contrario, los resultados del SVS mostraron una caída en el voltaje medido con ~ 4 h de irradiación. En la Figura 9.12 mostramos este comportamiento. Para eliminar la sospecha de que este comportamiento esté asociado con el precalentamiento del controlador, también graficamos las lecturas del sensor de LabOSat. Las curvas se muestran hasta las primeras 4 h (240 min) del ensayo. En la figura, observamos que el controlador comienza a aumentar su temperatura gradualmente producto del consumo de los módulos analógicos. Según la caracterización en temperatura del módulo SVS (Figura 9.5b), la medición de V_{sup} debería variar con la temperatura en el sentido opuesto que la temperatura ($V_{\text{sup}} \propto -T$). Luego de los 100 min, cuando la temperatura se encuentra cerca del valor estacionario la medición de V_{sup} comienza a decrecer cuando debería estabilizarse. Contrariamente a lo esperado, el valor reportado aumenta su tasa de cambio (en valor absoluto) a tal punto de ocasionar un salto abrupto de -4 V transcurridas las 4 h. Cabe destacar que este súbito cambio sucede dentro de un mismo Test Estándar en un intervalo de tiempo < 30 s, entre la medición de $V_{\text{sup}}^{\text{mid}} = (12.3246 \pm 0.0001)$ V y $V_{\text{sup}}^{\text{end}} = (8.3742 \pm 0.0001)$ V del último Test Estándar ejecutado.

La ejecución de Tests Estándar posteriores al ensayo certificaron un cambio en el módulo SVS. La medición de tensión de alimentación resultó ser prácticamente 0 V.

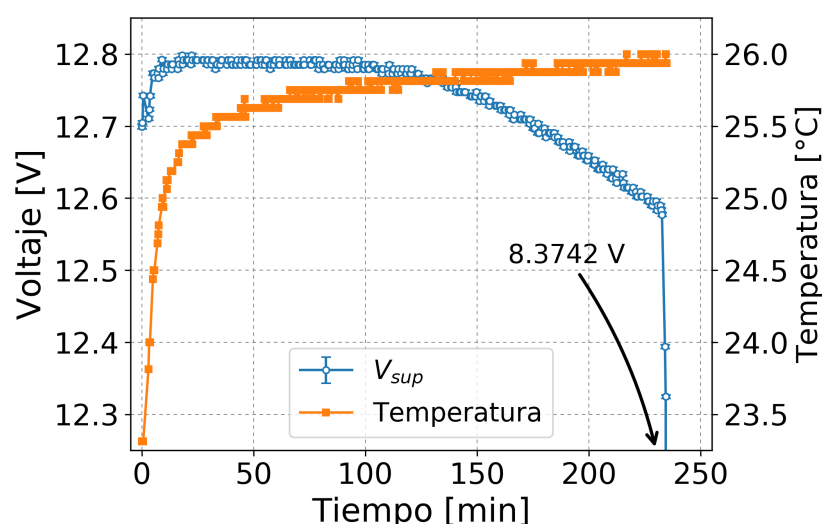


Figura 9.12: Datos adquiridos durante las primeras 4 h del ensayo.

Los reportes descargados durante la irradiación de LabOSat demostraron que lo observado con V_{sup} no representó lo sucedido con la alimentación del controlador. El resto de los bloques analógicos como el módulo de direccionamiento y la SMU funcionaron correctamente indicando la presencia de los ~ 12 V. Para entender dónde se produjo el daño del módulo SVS inspeccionamos eléctricamente a LabOSat en nuestros laboratorios. Corroboramos que el microcontrolador funcionaba correctamente, los puertos de selección GPIO para el control de la llave III eran asignados correctamente⁹. También pudimos aseverar el correcto funcionamiento de los amplificadores operacionales y de los componentes pasivos, i.e. resistencias del divisor, capacitores de filtro y diodos Zener del módulo. El dictamen final lo pudimos realizar a través de la interfaz de programación del firmware y el puerto JTAG. De esta manera, controlamos la operación de cada módulo de LabOSat de forma independiente. Así, pudimos determinar que el canal activo de la llave III,

⁹La llave denominada III es etiquetada como Y4A con entradas de selección de canal SEL_Y4A en el esquema del Apéndice C en la hoja denominada “VddMed/TempExt”.

es decir, el canal 1, producía una tierra virtual en la entrada del segundo opamp.

Además de la respuesta inesperada del módulo SVS, las mediciones sobre los DUTs también manifestaron la presencia de una falla en el controlador. La respuesta de los dispositivos en función del tiempo se muestra en la Figura 9.13a. Como se puede apreciar, las curvas de todos los dispositivos muestran un comportamiento común. Todos ellos evidencian un cambio gradual que comienza a los 100 min y a los 150 min se hace más evidente. En la Figura 9.13b se seleccionaron curvas representativas para los tres rangos de resistencia configurados (alto, medio y bajo valor de resistencia) y las curvas de los dispositivos de control.

El análisis de estas curvas nos permite monitorear la fuente de corriente y el módulo de direccionamiento mientras se irradia. Se muestra un dispositivo por cada rango de carga. El comportamiento no es el esperado. Si las cargas no cambian su valor de resistencia con la radiación incidente, el voltaje a través de ellas debe ser constante. Esto último no lo podemos asegurar con total certeza ya que este experimento pretendía evaluar el desempeño de los dispositivos. Lo que sí es posible afirmar es que, si hubo cambios en los estados resistivos de los dispositivos, no fueron significativos y la falla del controlador ocultó esa variación. La inspección eléctrica realizada luego de la irradiación sugirió que las llaves I y II aumentaron significativamente su R_{on} . Simulaciones de LTspice usando el circuito equivalente del inset de la Figura 9.13a permiten reproducir cualitativamente la falla observada. En las Figuras 9.13c y 9.13d podemos ver cómo impacta R_4 y R_3 en el nodo V_{meas} , respectivamente. Estas resistencias parásitas representan a la R_{on} de las llaves I y II. A medida que R_4 aumenta (producto de la dosis acumulada), la tensión en V_{meas} aumenta. Esto podría estar sucediendo con las cargas de rango resistivo “Bajo” y “Control”. En cambio, cuando R_3 aumenta, el divisor resistivo de la configuración de LabOSat hace que la tensión en V_{meas} disminuya. La combinación de estos dos efectos podría ser lo que registró LabOSat durante la irradiación (Figura 9.13a).

El análisis de activación (DGNA) indica que la mayoría de la radiación emitida por LabOSat se origina por cobre y el bromo activado más una

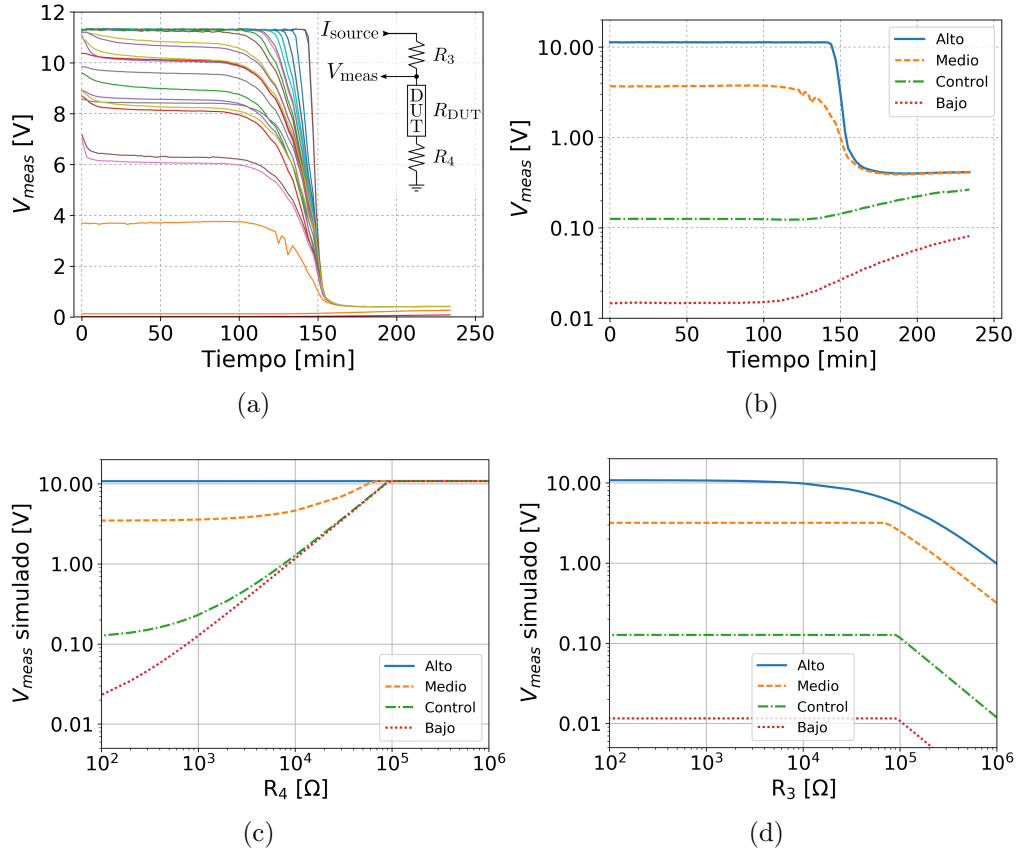


Figura 9.13: Medición de los dispositivos en el nodo V_{meas} mientras LabOSat es irradiado con neutrones. (a) Lectura de los 30 dispositivos. Tensión en escala lineal. Inset: circuito equivalente utilizado para la lectura de los DUTs. (b) Curvas representativas en los tres rangos (alta, media y baja carga) y los dispositivos de control. (c) y (d) Simulación del comportamiento de LabOSat al forzar diferentes cargas y varias las resistencias parásitas R_4 y R_3 , respectivamente.

pequeña contribución del oro. La activación de estos elementos implica que durante la irradiación la mayoría de los neutrones térmicos fueron absorbidos por nuestro controlador. El espectro, adquirido 24 h después de la irradiación, se encuentra en la Figura 9.14. Debido a este retraso temporal, no pudimos detectar isótopos de vida media baja. Por ejemplo, el isótopo ^{82}Br se genera por captura neutrónica del ^{81}Br y tiene $t_{1/2} = 35.28$ h mientras que ^{80}Br sólo 17.68 min. Esto significa que no todos los decaimientos de los elementos activados fueron registrados en el espectro.

Los isótopos identificados provienen de los elementos estables ^{197}Au , ^{81}Br

y ^{63}Cu que, mediante la captura de neutrones, se convierten en un nuevo isótopo inestable. Identificamos los decaimientos (y emisiones) de los isótopos ^{198}Au , ^{82}Br y ^{64}Cu cuyas vida media son $t_{1/2}^{197\text{Au}} = 64.56$ h, $t_{1/2}^{82\text{Br}} = 35.28$ h y $t_{1/2}^{64\text{Cu}} = 12.70$ h. Las secciones eficaces de absorción para neutrones de 25 meV son $\sigma_{\text{abs}}^{197\text{Au}} = (98.65 \pm 0.09)$ barn, $\sigma_{\text{abs}}^{81\text{Br}} = (2.7 \pm 2)$ barn y $\sigma_{\text{abs}}^{63\text{Cu}} = (4.50 \pm 0.02)$ barn. Cabe destacar que en nuestros análisis no consideramos eventos de doble captura. La secuencia de decaimientos y emisiones para los isótopos identificados se puede encontrar en la base de datos de emisiones gamma, beta y alpha “Nucléide-Lara” del Laboratoire National Henry Becquerel, Francia, disponible en <http://www.nucleide.org/Laraweb/index.php>.

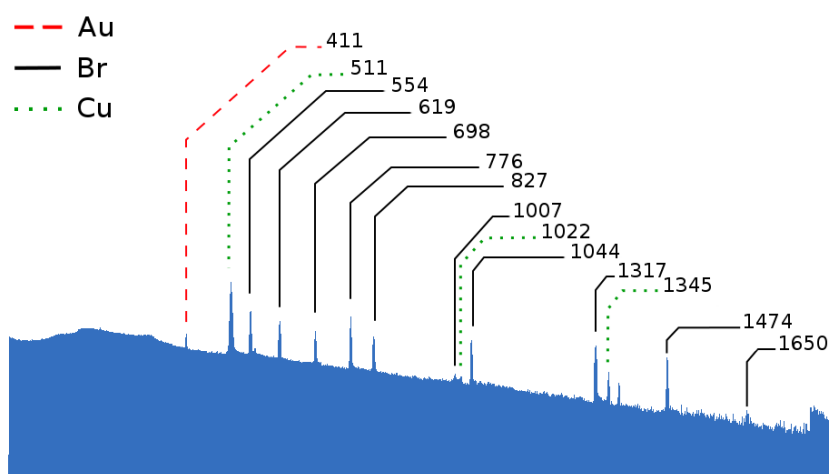


Figura 9.14: Espectro de energía de emisión de LabOSat adquirido mediante DGNA.

La presencia de cobre activado se explica por la gran cantidad de cobre que posee el circuito impreso de LabOSat. Todas las conexiones internas (pistas) están hechas de cobre. La presencia del oro activado tiene origen, por un lado, en las interconexiones de *wire-bonding* de los circuitos integrados comerciales y los fabricados. Por otro lado, nuestros dispositivos utilizan encapsulados que poseen contactos, pines y una base de Au tal como mencionamos en la Introducción. Por último, la presencia del bromo activado se debe al PCB. El circuito impreso de LabOSat está hecho a base de FR-4, un laminado epoxi reforzado con fibra de vidrio que generalmente incluye un retardante de llama para hacerla ignífuga y lograr una calidad comercial estandarizada. La aparición de picos de energía del isótopo ^{82}Br sugiere que

el fabricante utiliza un retardante de llama basado en bromo, probablemente, Tetrabromobisphenol A o TBBPA de fórmula química $C_{15}H_{12}Br_4O_2$. Por el contrario, la activación de otros elementos como hidrógeno, carbono, oxígeno y silicio que componen al PCB o a los IC no fue detectada, probablemente, debido a la baja tasa de eventos de absorción sucedidos. Esto es, secciones eficaces de absorción uno o más órdenes de magnitud menos que el bromo, cobre y oro. Además, las $t_{1/2}$ de esos isótopos serían del orden de minutos o menos.

Para evaluar si es posible recuperar los IC realizamos un experimento en temperatura basado en la norma MIL-STD 883C, también conocido como, Método 1019.4 [145]. La norma establece la forma de validar componentes para su uso en aplicaciones de baja dosis. El procedimiento para ello es someter a temperatura el componente y observar la evolución temporal con el objetivo de recuperar la tensión umbral original frente a los desplazamientos de V_{th} inducidos por radiación. El documento sugiere que si el componente recupera su funcionamiento nominal en 168 h a 100 °C la carga atrapada en las trampas del óxido del *gate* (*bulk*) será removida y el componente es aprobado para su uso en aplicaciones de baja dosis. Como vimos previamente, LabOSat puede realizar ensayos de *annealing* térmico a 100 °C por 168 h sobre transistores (ensayo **A** de la Sección 9.2).

Con esto en mente, realizamos la prueba y sometimos a LabOSat a tales condiciones. Durante el *annealing* ejecutamos continuamente la misma rutina Test Estándar usada durante la irradiación. Así pudimos monitorear las mediciones de V_{sup} y los dispositivos de control con el fin de observar la evolución de R_{on} de las llaves y multiplexores.

El resultado de esta prueba indicó que LabOSat no recuperó su funcionamiento normal. El módulo SVS no modificó su lectura y tampoco el módulo de direccionamiento recuperó sus bajas resistencias parásitas. Esto sugiere que la dosis absorbida por los componentes de LabOSat fue elevada.

9.6. Discusión

Los resultados obtenidos en las caracterizaciones muestran que LabOSat presenta un comportamiento estable aún en condiciones hostiles como las ensayadas, tolerando esfuerzos y dosis de irradiación compatibles con las esperadas en ambientes típicos de la industria aeroespacial y nuclear, cumpliendo con los requisitos para los que fue diseñada. En tal sentido, podemos afirmar que el diseño, desarrollo, puesta a punto y ensayo del controlador fue exitoso.

La portabilidad del controlador debido a su pequeño tamaño y liviano peso permiten la realización de mediciones en forma remota y en ambientes hostiles. Particularmente, los resultados de la caracterización en temperatura validan al controlador para el funcionamiento en entornos tan fríos como órbitas de baja altitud. La caracterización a temperaturas elevadas indica que LabOSat puede operar en entornos de baja disipación térmica. Por ejemplo, si el controlador es colocado en alto vacío de tal forma que se produce un incremento de temperatura continuaría operando sin inconvenientes. Además, las calibraciones realizadas permiten implementar correcciones por variaciones térmicas o de tensión de alimentación.

Respecto de los ensayos en ambientes radiativos comenzamos discutiendo los resultados con protones. Podemos mencionar que el MSP430F1612 puede operar correctamente bajo fluencias acumuladas de hasta $1.03 \cdot 10^{11}$ p/cm² de 10 MeV. Un leve incremento de este valor causó un *bit-flip* en la memoria flash e indujo un error en el módulo periférico del MCU. En el siguiente Capítulo mostraremos que la fluencia de protones de 10 MeV para una misión típica en una órbita de baja altitud es dos órdenes de magnitud menor que lo que hemos demostrado aquí. Este resultado es de gran interés al pretender caracterizar dispositivos en el espacio con LabOSat.

Cabe destacar que usualmente los ensayos de irradiación se realizan directamente sobre el chip de silicio, decapando el encapsulante epoxi. A pesar de ello, prácticamente en todas las aplicaciones, los IC se utilizan empaquetados. El motivo del decapado se basa en conocer exactamente qué tipo de materiales se encuentran sobre la región de interés y de qué espesor. Por

ejemplo, sabiendo precisamente los espesores y los materiales sobre el arreglo de memoria flash es posible calcular mediante simulaciones la dosis absorbida (Ecuación 2.3).

A partir de una inspección destructiva del MCU dañado pudimos determinar el espesor del encapsulante y el área y el espesor del Si (Figura 9.15b).

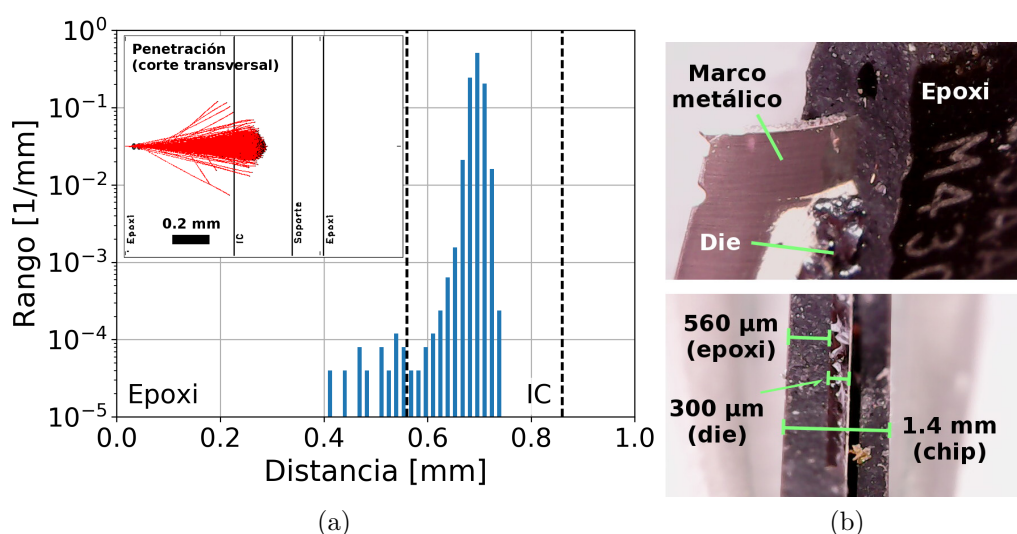


Figura 9.15: (a) Distribución normalizada de rangos de penetración de protones de 10 MeV en el MCU. Rango de penetración aproximado 700 μm . Inset: trazas de los protones en función de la profundidad para un corte transversal del encapsulado. (b) Corte transversal de la inspección del MCU dañado. Se muestra el *die*, el epoxi y el marco metálico donde se adhiere el *die* para su empaquetamiento. Área del silicio: $5 \times 5 \text{ mm}^2$.

El espesor del chip es $(1.40 \pm 0.05) \text{ mm}$. A partir de ese valor, calculamos el espesor de epoxi sobre el *die* de silicio del IC. Obtuvimos $\sim 560 \mu\text{m}$ para el epoxi y $\sim 300 \mu\text{m}$ para el IC. Con estos valores ejecutamos una simulación en TRIM. Desafortunadamente, no poseemos más información técnica sobre la composición del encapsulante del MSP430 por lo que empleamos el compuesto epoxi (curado). En la Figura 9.15a se muestra el resultado de la simulación con protones de 10 MeV. En el gráfico vemos la distribución normalizada de rangos de penetración con un pico en 695 μm . Esto advierte que toda la energía de los protones fue depositada sobre el chip. Una fracción de esa energía fue depositada en el epoxi y otra en el silicio. Los resultados de la simulación indican que el 99.94 % de la energía de los iones fue depositada a

través la interacción con la nube electrónica de los materiales (ionización) y solo el 0.06 % fue transferida a los átomos de la estructura definida (colisiones elásticas nucleares). A partir de la distribución de ionizaciones (no mostrada aquí) pudimos determinar que cada protón deposita 4 MeV en el Si ($E_{p \rightarrow Si}$) y 5.7 MeV en el epoxi ($E_{p \rightarrow ep}$) en forma de ionización. Usando la fluencia acumulada Φ del intervalo previo a la falla de comunicación y teniendo en cuenta que el área A del silicio es $5 \times 5 \text{ mm}^2$, la energía transferida al integrado es $E_{Si} = \Phi A E_{p \rightarrow Si} = 1.04 \cdot 10^{17} \text{ eV}$. Usando la densidad del Si $\rho_{Si} = 2.33 \text{ g/cm}^3$ [37] tenemos que la dosis absorbida por el volumen V del *die* es $D = E/(V \rho_{Si}) \sim 1 \text{ kGy(Si)}$.

Esta dosis expresa la alta tolerancia que presenta el MSP430. Si bien obtuvimos estos valores a partir de la medición de un solo MCU, superamos el valor de TID reportado (200 Gy) por Guertin en [125]. El resultado es más que interesante ya que valida su uso en misiones LEO prolongadas y hasta insinúa que puede ser empleado para misiones en órbitas geoestacionarias o interplanetarias según el blindaje.

Indirectamente hemos observado el comportamiento de algunos módulos de LabOSat bajo la irradiación de protones. Durante el experimento de irradiación de dispositivos ReRAM (ver Sección 10.2), imperfecciones en la configuración experimental hicieron que el blindaje no proteja completamente a todos los módulos de LabOSat. Notamos que fluencias mayores a $2.06 \cdot 10^{10} \text{ p/cm}^2$ (10 MeV) afectan notablemente a los amplificadores operacionales. Como consecuencia las mediciones de tensión de alimentación del módulo dejan de ser confiables. También notamos alteraciones en el funcionamiento de la fuente de corriente causadas, principalmente, por el daño generado sobre la llave Y6. Como el haz de protones fue dispersado por el blindaje no fue posible determinar con exactitud la fluencia acumulada sobre la SMU.

A partir de un análisis detallado de los datos de los dispositivos de control de la SMU y la inspección eléctrica realizada posteriormente a la irradiación (Apéndice E), podemos afirmar que las mediciones realizadas por LabOSat sobre los DUTs son confiables hasta el cuarto intervalo de irradiación inclusive. Después de ese intervalo, las mediciones deben ser corregidas utilizando las mediciones de los dispositivos de control.

Como conclusión principal del ensayo de neutrones de mayor podemos decir que la radiación recibida por los decaimientos de la activación y los fotones γ provenientes del haz produjeron una dosis total ionizante muy elevada para algunos de los componentes COTS de LabOSat. Adelantando el resultado del Capítulo 10, como LabOSat funciona en una órbita LEO hace 3 años, el experimento con neutrones nos permite afirmar que la dosis recibida durante el ensayo superó considerablemente los valores de dosis acumulada en misiones de esa índole. Esto es ~ 15 Gy. Como enseñanza, la caracterización de componentes en ambientes muy agresivos, de dosis altas, exige una modificación en el módulo SVS y de direccionamiento. Otra alternativa posible es implementar placas externas para ensayar dispositivos en ambientes altamente agresivos. Por último, vale agregar que la experiencia con neutrones evidenció la necesidad de utilizar dosímetros *on-board* en LabOSat aún en aplicaciones donde no se espere radiación ionizante directa.

Todos estos resultados demuestran que LabOSat puede operar en entornos de baja dosis donde las fluencias acumuladas se encuentren alrededor de $3.47 \times 10^{12} \text{ n}_{\text{th}}/\text{cm}^2$, $1.52 \times 10^{12} \text{ n}_{\text{epi}}/\text{cm}^2$, $1.03 \cdot 10^{11} \text{ p}_{10 \text{ MeV}}/\text{cm}^2$ y $\sim 15 \text{ Gy}_\gamma$ sin presentar fallas en el funcionamiento de sus módulos. Si bien desconocemos exactamente la energía de los fotones gamma recibidos durante los ensayos con neutrones, simulaciones realizadas en la facilidad de BNCT del reactor muestran que principalmente el espectro está conformado por gamma de 80 keV, 200 keV, 511 keV y 2.2 MeV [146]. Presuntamente, la dosis gamma mayor a 4 Gy recibida durante el ensayo de bajo flujo en la facilidad de Neutrografía provenga de un espectro similar.

Existe la posibilidad que durante la irradiación con neutrones, la dosis recibida por los integrados de LabOSat provenga, además, de partículas α . Como es sabido, el boro se usa ampliamente como un dopante tipo p pero también se agrega al aislante PSG (*Phosphorus Silicon Glass*) que se utiliza para aislar diferentes capas de metalización de los IC. El boro es introducido en el PSG para reducir las temperaturas involucradas en los procesos de fabricación de dispositivos COTS. El BPSG (*Boron-PSG*) posee típicamente 2.4 % de boro en peso y se ubica a $\sim 2 - 3 \mu\text{m}$ del óxido de *gate* [147, 148] con espesores de $\sim 5 \mu\text{m}$. En resumen, mediante la reacción de la Ecuación 2.4

es posible haber producido partículas alfa sobre en el interior de los circuitos integrados.

A partir de los resultados obtenidos es posible repensar algunos detalles del diseño de LabOSat. Algunos componentes COTS poseen un desempeño notable y han sido caracterizados lo suficiente como para ganar confianza en su uso. Otros, en cambio, mostraron algunas fallas poniendo en riesgo los resultados de los experimentos. Particularmente, hacemos referencia al caso de las llaves. Debido a que soportan alta tensión sus óxidos de *gate* probablemente sean gruesos y eso favorezca la acumulación de carga. Evaluar alternativas al uso de las llaves es una tarea pendiente para la nueva versión del controlador.

Pensando en la incorporación de nuevas características, en primer lugar, podemos mencionar la necesidad de una fuente de mayor tensión. A expensas de corriente disponible es posible incorporar un conversor DC-DC que brinde mayor rango de tensión. Agregar esta característica conlleva a incorporar un atenuador adicional en la SMU para poder atenuar la señal que queremos medir. El beneficio sería la posibilidad de caracterizar dispositivos de gran resistencia, inclusive pensar en la posibilidad de realizar electroformados dentro de LabOSat. Al mismo tiempo, colocar un elevador de tensión brinda la posibilidad de realizar otros experimentos de interés para el grupo. Por ejemplo, actualmente se está desarrollando un módulo para controlar fotomultiplicadores de estado sólido basados en silicio (SiPM por *Silicon Photon Multiplier*) para detección de eventos discretos en LEO. El manejo de este tipo de sensores implica el uso de tensiones elevadas y para ello es inevitable recurrir a fuentes DC-DC.

En segundo lugar, debemos considerar la posibilidad de realizar mediciones diferenciales o, en su defecto, poder registrar la tensión en múltiples puntos de nuestras configuraciones. Esto permitiría tener un mayor conocimiento de lo que sucede durante el experimento. Por ejemplo, podríamos medir la tensión (corriente) aplicada por LabOSat y no usar la tensión (corriente) calculada. También podríamos sensar la activación del módulo limitador de corriente (compliance). Como propuesta se puede emplear una topología con una fuente de corriente y un amplificador de transimpedancia.

En tercer lugar, podemos considerar la implementación de referencias de tensión de baja deriva térmica como por ejemplo alguna de la familia REF5030 de Texas Instruments con derivas de 3 ppm/°C o las REF03 de Analog Devices. Esto evitaría tener que implementar correcciones en el módulo de medición. También debemos incorporar una tensión de referencia en el módulo de dosimetría a fin de evitar variaciones en I_{DS} . En un estudio reciente, determinamos que el componente que mejor se adecuaba a esta demanda es el regulador lineal LDO (*Low-Drop Out*) de 10 V LP2985 de Texas Instruments. Es último está siendo integrado en las nuevas versiones del controlador.

Por último, podemos mencionar algunos agregados menores que podrían brindarle a LabOSat funcionalidades extra como instrumento de banco. A saber, incorporación de LEDs opcionales, incorporación de agujeros pasantes en el PCB con el fin de sujetar placas externas e incorporación de un conector para facilitar la interfaz de comunicación con el emulador.

9.7. Especificaciones

En la Tabla 9.5 resumimos los requerimientos y las especificaciones obtenidas de LabOSat. La Tabla fue elaborada a partir de los resultados de los caracterizaciones y las calibraciones realizadas. En algunos casos, las especificaciones surgen de los valores nominales reportados por los fabricantes de los componentes. Esta información está disponible en <http://www.unsam.edu.ar/escuelas/ciencia/labosat/>.

Tabla 9.5: Especificaciones, requerimientos y capacidades calibradas, calculadas y nominales de LabOSat-01 a temperatura ambiente y tensión de alimentación 12 V. ND: No Determinada. LEO: Órbita de Baja Altitud. RA-6: Reactor Argentino 6, Bariloche (CNEA). MCU: microcontrolador MSP430. Ensayos en ambientes hostiles discriminados por tolerancia del MCU y tolerancia del controlador completo (MCU + módulos analógicos y digitales).

Requerimientos de operación de LabOSat					
Parámetro	Condición	Mín	Típ	Máx	
Potencia		180	600	1000	mW
Tensión de alimentación	SMU	9	12	13.5	V
	MCU	1.8	3.3	3.6	V
Comunicación	SPI esclavo (modo 3)		200		kHz
Capacidad de almacenamiento				3	kB
Temperatura nominal		-40	25	85	°C
Temperatura comprobado		-42	25	150	°C
Presión	En operación	$7.5 \cdot 10^{-5}$	760	ND	Torr
	Sin alimentación	$7.5 \cdot 10^{-6}$	760	ND	Torr
SMU: especificaciones de la fuente					
Parámetro	Control	Mín	Típ	Máx	
Voltaje	Voltaje	0		9.29	V
	Corriente (alta)	0		10.8	V
	Corriente (baja)	0		10.8	V
Resolución de voltaje			2.15		mV
Corriente	Corriente (alta)	0		23.0	mA
	Corriente (baja)	0		1.28	mA
	Voltaje	0		23.0	mA
Resolución de corriente	Corriente (alta)		5.50		μ A
	Corriente (baja)		318		nA
Corriente de complianza	Voltaje	0		7.5	mA
SMU: especificaciones de la unidad de medición					
Parámetro	Condición	Mín	Típ	Máx	
Temperatura		-55		125	°C
Resolución de temperatura			0.0625		°C
Error de temperatura			1		°C
Voltaje	Amplificador	0		250	mV
	Seguidor	0.25		2.5	V
	Atenuador	2.5		25	V
Resolución de voltaje	Amplificador		6.22		mV
	Seguidor		610		μ V
	Atenuador		61.0		μ V
Error en voltaje	Amplificador			30	μ V
	Seguidor			0.8	mV
	Atenuador			4.0	mV
Duración del pulso ($t_{ON} + t_{med}$)	4 mediciones	3.69			ms
	8 mediciones	4.49			ms
	16 mediciones	6.10			ms
Tiempo entre pulsos (t_{OFF})		250			ms
Desempeño en ambientes hostiles: tolerancia a radiación					
Parámetro	Condición	Mín	Típ	Máx	
Fluencia sobre MCU	protones 10 MeV			$1.04 \cdot 10^{11}$	p/cm ²
	neutrones térmicos	$7.24 \cdot 10^{12}$			n/cm ²
	neutrones epitérmicos	$3.58 \cdot 10^{12}$			n/cm ²
Fluencia sobre módulos	protones 10 MeV			$2.06 \cdot 10^{10}$	p/cm ²
	neutrones térmicos			$3.07 \cdot 10^{12}$	n/cm ²
	neutrones epitérmicos			$1.43 \cdot 10^{12}$	n/cm ²
TID (dosis) sobre MCU	protones 10 MeV			1	kGy
Tasa de dosis sobre módulos	gamma (@ RA-6)	0.8			Gy/h
	@ LEO	5			Gy/yr

Capítulo 10

ReRAM controladas por LabOSat en ambientes hostiles

En este Capítulo exponemos los resultados de estudios sobre dispositivos de RS *cross-point* realizados en ambientes con radiación ionizante usando como instrumento el controlador desarrollado, LabOSat. En primer lugar, describiremos el proceso de empaquetamiento para caracterizar dispositivos en ambientes hostiles. Las fórmulas y recetas obtenidas se aplican tanto a los dispositivos de RS fabricados en los Capítulos anteriores como también a dispositivos de colaboradores externos al grupo de investigación que también desean caracterizar sus muestras en estos ambientes. En segundo lugar, describimos la irradiación con protones. En tercer lugar, describimos un experimento realizado con neutrones. Por último, discutimos los resultados obtenidos en órbitas de baja altitud. Al mismo tiempo, presentaremos los resultados de simulaciones realizadas de los flujos de partículas y dosis total ionizante para las órbitas de nuestras misiones a bordo de los satélites de la empresa Satellogic.

Nuestro grupo ya ha ensayado celdas de RS de Au/TiO₂/Al bajo radiación ionizante. En [149], Ghenzi ha demostrado que luego de irradiar dispositivos prístinos con iones de oxígeno de 25 MeV, los dispositivos no presentan diferencias en su operación respecto los no irradiados. Además, infiere que las vacancias generadas por el haz de iones al atravesar el óxido de titanio

no alteran al proceso de electroformado.

DeIonno y colaboradores han estudiado el conocido sistema Pt/TiO₂/Pt bajo diferentes haces de partículas en dos trabajos diferentes. Por un lado, demostraron la robustez del sistema frente al daño por desplazamiento hasta fluencias 10^{14} n/cm² de 1 MeV y 10^{16} p/cm² de 350 keV [150]. Luego, en [151] amplían el espectro de partículas y energías. Destacando dos resultados, demuestran que los dispositivos soportan 450 kGy de gamma de ⁶⁰Co y que fluencias de 10^{14} α/cm² de 1 MeV producen alteraciones del 77 % en el estado de baja resistencia. Este resultado, ya había sido demostrado por Barnaby y colaboradores en [152].

Agashe *et al.* reportan en [153] los resultados de un experimento de irradiación con fotones gamma del ⁶⁰Co sobre dispositivos de n⁺-Si/TiO₂/Al. observan cambios graduales al ir aumentando la dosis de 5 kGy a 20 kGy. En el artículo, citan aumentos de la rugosidad del Al (TE), reportan cambios en la estructura del material pasando de TiO₂ amorfo a rutilo, y cambios en el mecanismo de conducción. Esto último tiene consecuencias directas sobre las tensiones de SET y RESET.

Los trabajos citados en los párrafos anteriores estudian sistemas similares al nuestro. Algunos con electrodos de Al otros con electrodos nobles de Pt. La bibliografía para una variada combinación de energías y partículas. Nuestro experimento con protones de 10 MeV pretende agregar información biblioteca actual de la temática.

En las próximas secciones mostraremos los resultados de simulaciones numéricas de flujos de partículas energéticas en LEO. Las simulaciones de estos flujos fueron realizadas mediante la herramienta *on-line* SPENVIS (*Space Environment Information System*) de la ESA. La herramienta utiliza diferentes modelos para calcular protones y electrones atrapados en los cinturones de radiación, protones solares, GCR y fotones *bremsstrahlung*. A partir de los flujos calculados, SPENVIS puede calcular TID para un determinado material detrás de un blindaje definido. Para esto último, debe estimar el *stopping power* de los materiales introducidos y para ello utiliza la teoría de la Sección 2.4. Los detalles de estas simulaciones son comentados en el Apéndice F.

10.1. Empaquetamiento de dispositivos

El empaquetamiento comienza con dos etapas que consisten en el crecimiento de *pads* para soldadura y el corte de la oblea. En ambas etapas ajustar los parámetros involucrados para obtener buenos resultados resultó sencillo. Las últimas dos etapas del empaquetamiento, la soldadura termosónica y la protección con resina epoxi, presentaron mayores desafíos para optimizar sus recetas. Primero, la soldadura presentó complicaciones relacionadas con la sujeción mecánica de la muestra al encapsulado. Luego, se presentó el problema del bajo rendimiento de la soldadura impidiendo realizar las conexiones eléctricas. Finalmente, la colocación de la resina epoxi sobre los dispositivos soldados motivó una serie de experimentos en los que ajustamos las variables involucradas en el curado de la resina. A continuación describimos los experimentos asociados a cada etapa, sus resultados y discusiones.

10.1.1. Crecimiento de *pads* para soldadura

Una vez finalizada la fabricación de las celdas de memoria, el primer paso es el crecimiento de los contactos para la soldadura de alambre entre el dispositivo y el encapsulado elegido. Este proceso se realizará mediante una litografía, el depósito del apilamiento metálico del *pad* y un *lift-off*. En este punto, es crítica la elección del revelador durante el paso de litografía ya que podría atacar a los metales de los contactos y vías. Como ejemplo concreto, el revelador AZ351B de Clariant utiliza NaOH para remover la fotoresina expuesta a UV por lo que parte del NaOH en solución también ataca al aluminio (ver Figura 10.1). En consecuencia, para esta etapa avanzada de fabricación empleamos un revelador libre de hidróxido de sodio, el “AZ Developer” de Clariant¹.

El posterior depósito de los contactos se realiza por medio de sputtering DC con el objetivo de generar una buena adhesión entre los contactos y las vías que luego serán sometidos a ultrasonido durante la soldadura del alambre. El apilamiento de materiales que conforman el *pad* de soldadura

¹Basado en fosfato de sodio y silicato de sodio.

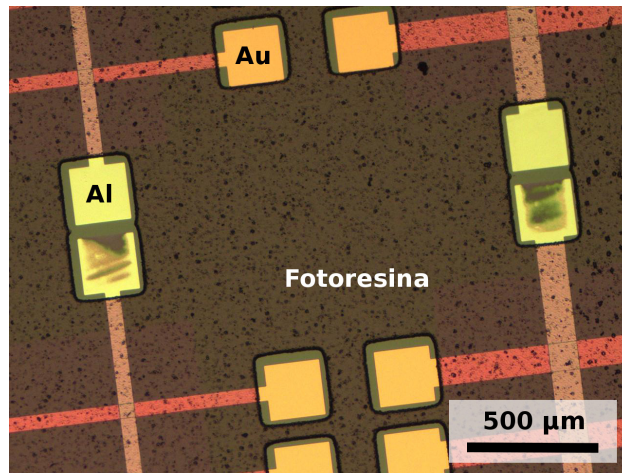


Figura 10.1: Ataque húmedo de aluminio mediante el revelador AZ351B de Clariant basado en NaOH. La fotoresina TI35E de MicroChemicals fue depositada con el fin de crecer *pads* para WB sobre los contactos cuadrados.

es Cr/Al/Cr/Au con un espesor total entre 0.5 y 1 μm . El acabado final de Au suele emplearse para facilitar el proceso de soldadura con alambre de oro mientras que la primera capa de Cr es simplemente un *buffer* de adhesión para contactos que sean de Au, como en el caso de las muestras *cross-bar*. Vale destacar, que el proceso de fabricación descrito en el Capítulo 6 para las muestras *cross-point* permite realizar la soldadura directamente sobre los contactos de Al ya que su espesor se encuentra cercano a los 0.5 μm .

10.1.2. Corte de oblea

La reducción de la oblea a un único dispositivo de 16, 24 o 40 bits² se logra mediante una gran cantidad de cortes precisos realizados por una máquina de corte por disco de diamante modelo MSO fabricada por Laser Optics. El proceso de corte es sucio y abrasivo. La muestra sufre esfuerzos de corte y un caudal de agua fluye sobre ella para enfriar la región donde la sierra corta a la oblea. Con el fin de proteger a los dispositivos colocamos una capa de fotoresina TI35E de 6 μm la cual es cocida por 2 min a 120 °C (*hardbake*) con el fin de endurecerla y evitar su dilución en agua. Luego de los cortes,

²La cantidad de bits está determinada por la cantidad de pines que posea el encapsulado.

las dimensiones de los *dies* son $\sim 2 \times 6 \text{ mm}^2$ para el caso de muestras tipo *cross-bar* y $\sim 5 \times 4 \text{ mm}^2$ para el caso de muestras tipo *cross-point*.

Continuando con la etapa de WB, pegamos el dispositivo al soporte cerámico comercial de cavidad abierta. Aquí, hemos trabajado con DIP-16, DIP-40 y SOIC-16. En primer lugar, para adherir el dispositivo al soporte probamos indio. El In como adhesivo es fácil de manipular: aplicando presión es fácil fundirlo y es posible aplicarlo en toda la superficie de la cavidad del soporte con un poco de calor ya que su punto de fusión se encuentra a los $156 \text{ }^\circ\text{C}$.

Dos grandes problemas presenta el uso del In como adhesivo para WB termosónico. Usualmente, la soldadura con alambre de Au se realiza a temperaturas del orden de los $\sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$, en nuestro caso utilizamos $120 \text{ }^\circ\text{C}$ (siguiente Sección 10.1.3). A esta temperatura, probablemente el In sea muy dúctil y parte de la energía ultrasónica transmitida por el capilar de WB sea absorbida en deformaciones plásticas haciendo que baje el rendimiento del proceso de soldadura. Por otro lado, es difícil controlar el grosor de la película de In cuando es aplicado manualmente, por lo que cualquier falta de uniformidad en el espesor es un factor extra que contribuye al problema de la transmisión de la vibración de US aplicada.

Para eludir estos problemas, buscamos emplear un pegamento líquido ya que podemos conseguir un espesor regular y delgado. El problema que pueden presentar este tipo de pegamentos es la emisión de solventes durante su curado y, en caso de ser de dos componentes, la incorrecta proporción en la mezcla puede encaminarnos a un adhesivo frágil y de baja adhesión.

Finalmente, el adhesivo que empleamos es el Die-attach 7920 de un componente de Dow Corning. Está basado en el polímero polidimetilsiloxano (PDMS) del grupo de las siliconas. Aplicamos alrededor de $1 \text{ }\mu\text{l}$ de adhesivo con un dispenser neumático automático EFD modelo 1500 XL. El curado del adhesivo se hace a $125 \text{ }^\circ\text{C}$ por 30 min en plancha calefactora. Según el fabricante, la resistividad luego del curado es $2.1 \cdot 10^{15} \text{ }\Omega \cdot \text{cm}$ valor ideal para aplicaciones en dispositivos electrónicos.

10.1.3. Soldadura con alambre de Au

El proceso de WB se realizó mediante el equipo HB10 del fabricante TPT, con capilares cerámicos 1572-15 de Gaiser y alambre de Au HD2 (4N) de diámetro $\phi = 25 \mu\text{m}$ de Heraeus. Durante el procedimiento fue fundamental recurrir a la bibliografía del tema [54, 154, 57, 56, 155] y las discusiones con Jérôme Borme del INL fueron valiosas para el desarrollo del protocolo de soldadura.

Antes de describir los experimentos y sus resultados, mencionamos brevemente algunas consideraciones que tuvimos durante la optimización del procedimiento de WB. Cabe destacar que estas consideraciones se aplican tanto a la soldadura *ball-bonding* como al *wedge-bonding*. En primer lugar, debimos asegurarnos que los contactos o *pads* de soldadura estén realmente limpios de residuos de resina u otros compuestos orgánicos ya que su presencia reduce la capacidad de soldar y, por ende, la tasa de éxito [54, 155]. Para ello, luego del curado del Die-attach, realizamos una limpieza con un lavado con acetona, luego uno con IPA y finalmente otro con agua desionizada con un posterior secado a 120°C por 10 min. En segundo lugar, debimos asegurarnos que tanto el *die* como el encapsulado cerámico se encuentren solidarios y fijos a la plataforma del equipo. Como mencionamos previamente, la estabilidad mecánica es un gran problema a la hora de soldar. Una mala fijación puede conducir a una pobre absorción de energía de US o bien, a una pérdida de la energía transmitida por el capilar cerámico.

Como se mencionó en la Sección 3.4.2, los *pads* que poseen los encapsulados cerámicos comerciales de cavidad abierta de formato DIP o SOIC son de oro por lo que soldar alambre de oro es relativamente sencillo. Los parámetros encontrados para soldar tanto la bola como la cuña en los pads de un DIP o SOIC comercial se hallan en la Tabla 10.1. Los amplios rangos encontrados para la fuerza de la bola están directamente relacionados con su volumen. Un volumen mayor se traduce en una soldadura de mayor área que requiere mayor fuerza para aplicar la misma presión. El volumen de la bola fue calculado como $\text{Vol} = \ell\pi(\phi/2)^2$ con ℓ la longitud del suplemento de alambre que formará la bola luego de la descarga EFO. Como observación a

Tabla 10.1: Rango de parámetros para soldadura de alambre de oro de $25\ \mu\text{m}$ en *pads* de oro de DIP y SOIC. $1000\ \mu\text{m}^3 = 1\ \text{pl}$ (picolitro). Los volúmenes indicados en la Tabla corresponden a longitudes de suplemento de 500 a $700\ \mu\text{m}$. 1 cN equivale a 1 gf.

Parámetros	Bola	Cuña
Potencia [mW]	250 - 330	300 - 380
Tiempo [ms]	200 - 230	250 - 400
Fuerza [cN]	25 - 50	40 - 45
Temperatura [°C]	120	
Volumen [pl]	250 - 350	-

destacar, notamos que existe un rango amplio para todos los parámetros a elegir tanto para la bola como para la cuña. Esto se debe a la facilidad con la que se consigue unir el sistema monometálico de Au-Au. Esto nos da la libertad de elegir qué tipo de soldadura queremos realizar sobre la muestra. En nuestro trabajo, elegimos soldar la bola sobre los *pads* de la muestra y la cuña sobre los *pads* del encapsulado comercial. Esta elección se debe a que la bola, en general, requiere menos potencia y menos fuerza que la cuña para soldar, tal como puede apreciarse en la Tabla 10.1. Asimismo, la soldadura de bola resulta más versátil que la cuña ya que posee un grado de libertad extra: el volumen dado por el suplemento.

Habiendo determinado los parámetros para la soldadura *wedge* sobre el encapsulado, sólo queda determinar los parámetros de la bola sobre la muestra. Para ello, exploramos una gran región del espacio de fases de las variables potencia, tiempo y fuerza para las muestras *cross-bar* como así también para las *cross-point*.

Para las muestras *cross-bar*, crecimos la estructura del *pad* para soldadura según lo descrito en la Sección 10.1.1. En la Tabla 10.2 se encuentran los rangos de los parámetros de WB para estas muestras y en la Figura 10.2 se muestran dos imágenes de arreglos *cross-bar* soldados en un DIP-40.

Respecto de las muestras *cross-point*, se determinó fácilmente el rango de parámetros para la soldadura de la bola en el electrodo inferior. En cambio, cuando intentamos soldar el electrodo superior fallamos sistemáticamente. Para determinar los parámetros de la soldadura del TE fue necesario realizar un estudio del impacto de las variables utilizadas. A través de la inspección de

Tabla 10.2: Rango de parámetros para soldadura de alambre de oro de $25\ \mu\text{m}$ en *pads* de Cr/Al/Cr/Au de las muestras *cross-bar*.

Parámetros	Bola
Potencia [mW]	250 - 300
Tiempo [ms]	200
Fuerza [cN]	30
Temperatura [°C]	120
Volumen [pl]	250

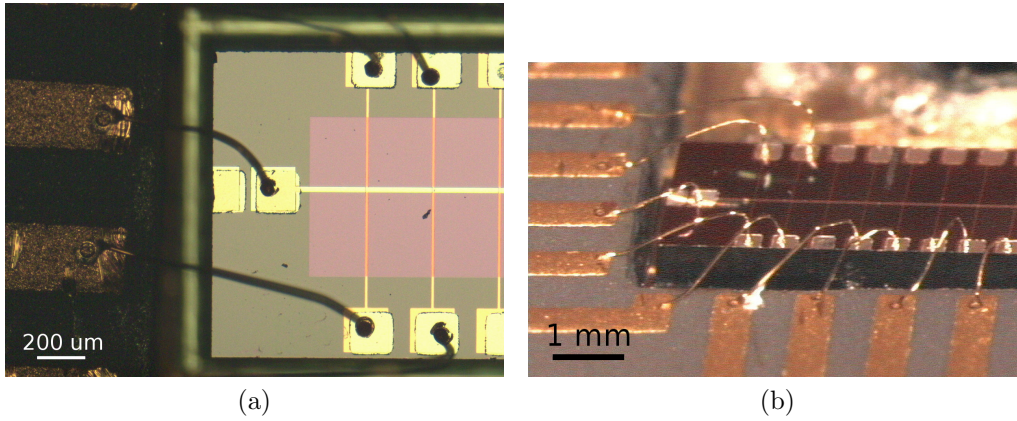


Figura 10.2: Fotografías de una fracción de una muestra *cross-bar* soldada a un DIP-40. Se pueden apreciar los dos tipos de soldaduras: *ball* en el *pad* del dispositivo y *wedge* en el contacto del soporte. (a) Vista superior, imagen tomada con un microscopio óptico. Notar los *pads* crecidos para soldadura sobre los contactos cuadrados de cada barra. (b) Imagen de la muestra inclinada adquirida con una lupa.

las marcas o “huellas” que provoca el WB con un microscopio óptico diagnosticamos el efecto de cada tríada de parámetros potencia-tiempo-fuerza. Los valores explorados se encuentran distribuidos entre 270 y 450 mW de potencia, 200 y 450 ms de tiempo y 27 y 75 cN de fuerza para un volumen de 250 pl (equivalente a un suplemento de $500\ \mu\text{m}$). Algunas de las imágenes adquiridas se muestran en la Figura 10.3. Con el objetivo de apreciar en detalle la huella también se muestran las fotos binarizadas (conversión a escala de grises y binarización con umbral en la cola del histograma de intensidades). Allí, podemos observar que la herramienta o la bola no dejan marcas en el *pad* a menos que los valores de potencia o fuerza sean elevados (Figura 10.3a en comparación a Figuras 10.3b-d). En cuanto se aumenta el valor de la fuerza, comienzan a aparecer vestigios de aleaciones intermetálicas de Al-Au como

puede verse en la Figura 10.3e. De la misma forma, esto sucede si se aumenta aún más la potencia y la fuerza, con la diferencia que aquí ya la herramienta produce daño sobre el *pad* (*cratering*) como se aprecia en la Figura 10.3f.

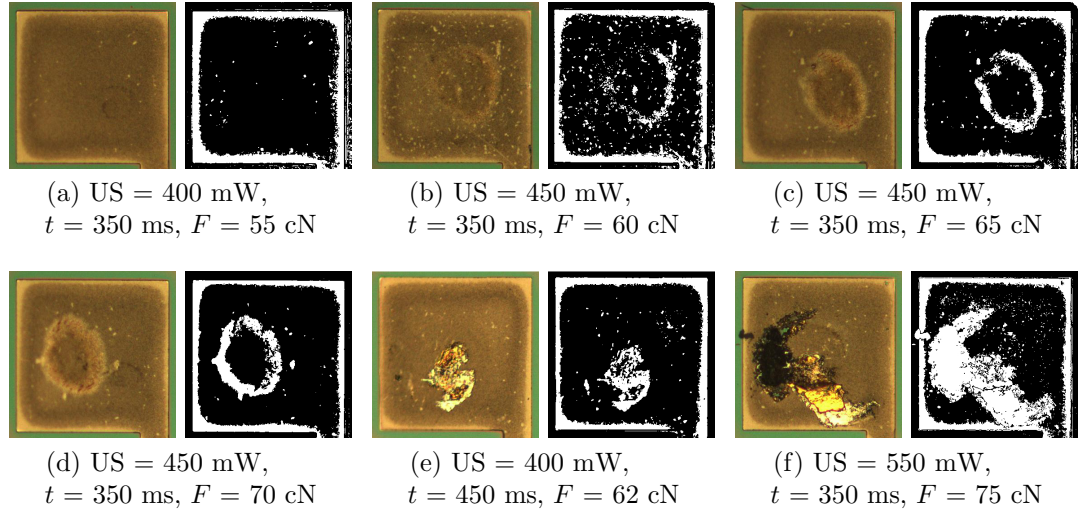


Figura 10.3: Marcas de WB con alambre de Au sobre *pads* rugosos del TE de Al(SiCu) soldadas a 120 °C. Longitud de suplemento $500 \mu\text{m} \equiv 250 \text{ pl}$.

En este punto, debemos distinguir el rol que juegan las características del capilar utilizado durante el WB. El capilar cerámico que empleamos en este trabajo posee un ángulo interno de 120° que hace que la fuerza compresiva interior sobre la bola sea menor que la compresiva exterior. Esto permite que el material sea extrusado hacia afuera del capilar y podamos tener una gran área con crecimiento intermetálico. Esto mejora el esfuerzo de corte respecto de otros capilares de menor ángulo pero produce grandes deformaciones de la bola siempre y cuando tengamos el volumen de Au adecuado para la fuerza configurada. Los registros de las Figuras 10.3b-d indican que los valores de fuerza fueron elevados para el volumen de bola empleado. Esto indicó que debíamos aumentar el volumen de la bola y reducir la fuerza aplicada para obtener resultados favorables. Así, el parámetro explorado fue la longitud del suplemento, obteniendo resultados favorables con $700 \mu\text{m}$ equivalente a un tamaño de la bola de 350 pl.

Finalmente, los parámetros obtenidos para la soldadura con alambre de Au en la muestras *cross-point* se encuentran en la Tabla 10.3. Examinando

Tabla 10.3: Rango de parámetros obtenidos para WB con alambre de oro de $25\ \mu\text{m}$ en muestras *cross-point* con electrodos de Al(SiCu).

Parámetros	Bola BE	Bola TE
Potencia [mW]	250 - 300	350 - 380
Tiempo [ms]	200 - 250	250
Fuerza [cN]	25 - 30	42 - 45
Temperatura [°C]	120	
Volumen [pl]	300	350

estos resultados y los obtenidos para las muestras *cross-bar*, notamos que la bola sobre el BE posee parámetros similares. Esto puede deberse a que el apilamiento de capas desde la oblea de Si hasta el último film delgado de Al(SiCu) del *pad* posee materiales similares. En cambio, la bola sobre el TE presenta valores un poco más elevados, probablemente producto de la alúmina que se encuentra debajo del *pad* de Al(SiCu). Trabajos sobre muestras en *bulk* son consistentes con esta hipótesis. Aleaciones de aluminio dopado con silicio al 7% presentan una dureza Vickers de 52 HV [156] con una tendencia a disminuir al reducir la concentración de Si. Por otro lado, muestras de 99.6 % de Al_2O_3 presentan durezas entre 1500 y 2000 HV [157]. Es decir, la resistencia plástica a la deformación que presenta la alúmina al aplicarle una fuerza externa es dos órdenes de magnitud mayor que la del Al(SiCu) de la vía.

Una observación debemos hacer respecto de las muestras *cross-point*: si bien, el diseño en mosaico de los dispositivos permite caracterizar un gran número de celdas en estaciones de prueba automáticas, al momento de empaquetar las celdas, este arreglo presenta un problema. En contraposición a los dispositivos en arreglos *cross-bar* donde existe un electrodo común, cada celda *cross-point* posee su propio BE y TE. Esto hace que ocupemos 2 pines del encapsulado por bit. Una posible solución a este problema es el diseño de nuevas máscaras para depositar vías metálicas y capas de pasivación con el fin de construir las capas de interconexión entre cada bit. Otra alternativa, explorada en este trabajo, es realizar interconexiones con alambre de Au mediante WB. En la Figura 10.4 se muestra este tipo conexión. El nombre con el cual denominamos a esta interconexión recibe el nombre de *ribbon* por su

semejanza con la técnica de soldadura de cuña de alambre plano [54].

La conexión se realiza entre los electrodos inferiores para dar un único electrodo común. En la primer celda del arreglo se realiza la soldadura de bola y en la siguiente la cuña con los parámetros de la Tabla 10.3 a excepción de la fuerza que se fija en 37 cN. Luego, sobre la segunda celda y encima de la cuña, se suelda la nueva bola con el fin de reforzar la cuña y continuar con la conexión hacia la tercer celda del arreglo. Claramente, al igual que en los dispositivos *cross-bar*, la ruptura de la interconexión en algún punto del arreglo lineal conduce a la pérdida de todos los bits que se encuentra más allá de la falla. Eléctricamente, la contribución de este tipo de interconexión a la resistencia total del bit incrementa a medida que nos alejamos de la última soldadura. Cada bit contribuye con la resistencia que presenta el BE y la interconexión de alambre con el siguiente bit. Una caracterización realizada sobre dos dispositivos empaquetados indica que a medida que nos alejamos del último bit soldado incrementamos la resistencia de la conexión en 3.4Ω . Esta contribución viene dada principalmente por las películas delgadas que conforman al BE. La contribución del alambre de oro prácticamente es despreciable debido a la baja resistividad ($\rho = 2.4 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) y gran diámetro, por ejemplo, una soldadura de 1 mm de extensión tiene una resistencia menor a $50 \text{ m}\Omega$.

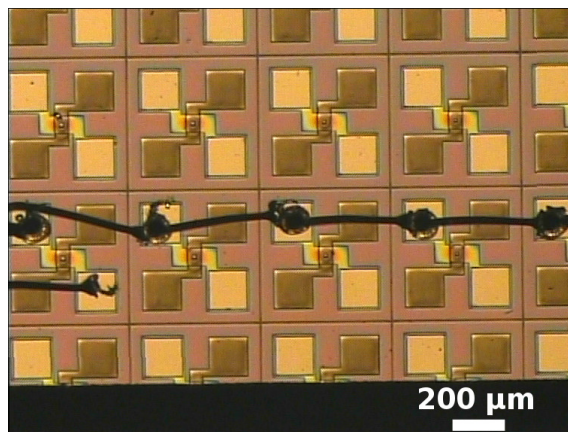


Figura 10.4: Interconexión del tipo *ribbon* para celdas de memoria *cross-point*.

10.1.4. Protección mediante resina epoxi

Luego de la soldadura termosónica, el proceso de empaquetamiento finaliza con la colocación de una resina epoxi sobre el encapsulado con el fin de proteger a los dispositivos del daño físico. En este trabajo, utilizamos una resina de dos componentes del fabricante local Novachem/Distraltec³, a saber Dicast 754 (resina) y Dicure 342 (endurecedor). La relación m/m utilizada para la mezcla fue 100:23 (resina:endurecedor) con una fórmula de curado de 2 a 4 h a 80 °C ó 20 a 25 min a 120 °C.

Durante la preparación del compuesto epoxi, al mezclar ambos componentes, es probable que se introduzcan burbujas. En aplicaciones donde el encapsulado es sometido a bajas presiones, las burbujas presentes en la resina endurecida posiblemente dañen al dispositivo encapsulado o a componentes cercanos de la electrónica circundante. Cabe destacar, que dichas burbujas difícilmente exploten ya que la diferencia de presión existente entre su interior y el exterior es $\Delta P = P_{\text{atm}} - P_{\text{ext}} \simeq P_{\text{atm}} = 0.1 \text{ MPa}$ que resulta dos órdenes de magnitud menor a la resistencia mecánica de tracción de la resina endurecida (75 a 85 MPa según el fabricante).

El problema mecánico radica entonces en la interfaz entre el encapsulado y la resina o el encapsulado y el *die*. Es posible que la presencia de burbujas en la interfaz reduzca el área de contacto entre la resina y el encapsulado. Al mismo tiempo, la liberación de los gases contenidos en las burbujas podría contribuir a una disminución de la adhesión entre ambas partes acarreado el desprendimiento de la matriz polimérica de la cavidad abierta. De la misma forma, podría producirse la liberación de gases en la interfaz resina/*die* poniendo en peligro la conexión eléctrica de WB.

Por estos motivos, se buscó reducir el tamaño de las burbujas excedentes de la resina. Se ensayaron diferentes procedimientos de curado con el fin de determinar cuál produce menor cantidad de burbujas de pequeño tamaño. Para favorecer a la difusión de burbujas se eligió trabajar el curado a 80 °C. En primera instancia, ensayamos curados con diferentes rampas de vacío para

³Empresa argentina especializada en formulación de compuestos epoxi, poliuretano y tejidos de refuerzo.

acelerar esta difusión. El equipo empleado para realizar estos ensayos fue la cámara de vacío de una *Anodic Wafer Bonder 501* del EVG que cuenta con dos planchas calefactoras que permiten calentar el encapsulado por arriba y por debajo. Las presiones utilizadas en la rampa abarcan los niveles de vacío que se pueden alcanzar con bombas de vacío mecánica y turbomolecular. El tiempo de curado fue de 4 h en todos los casos. Con el fin de simular el proceso, la aplicación de la mezcla se realizó con jeringa sobre encapsulados cerámicos de cavidad abierta con *dies* de prueba soldados por WB.

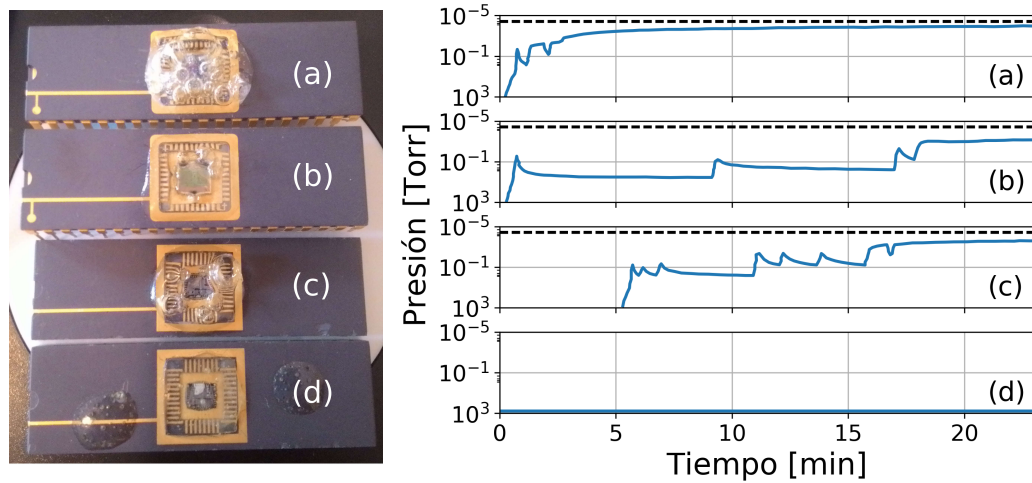


Figura 10.5: Imágenes luego del curado de la resina epoxi a 80 °C durante 4 h con diferentes presiones según las rampas de vacío que se muestran a la derecha de cada encapsulado. Las líneas punteadas en las curvas de presión (a)-(c) indican la presión alcanzada al final del proceso, i.e. $3.75 \cdot 10^{-5}$ Torr. El ensayo (d) se realizó a presión atmosférica.

En la Figura 10.5 se muestran los resultados de estos ensayos. Como puede apreciarse las burbujas no fueron removidas, por el contrario, aumentaba su concentración y tamaño. Al mismo tiempo, notamos que la resina endurece antes de lo previsto haciendo que las burbujas no lleguen a salir por completo, produciendo cráteres como los que se aprecian en la imagen. La muestra (a) presenta una gran cantidad de burbujas y cráteres producidos por el temprano alto vacío. La muestra (b) posee menor cantidad de burbujas y de cráteres, probablemente debido a que el alto vacío se alcanza pasados los primeros 20 min. En la muestra (c) sucede algo similar a lo observado en (a), no hay diferencias significativas en la apariencia a pesar de haber introducido

Tabla 10.4: Propiedades físicas de la trietilentretamina (TETA) del fabricante Tosoh [158] comparables a las reportadas por otros fabricantes.

Propiedad	Valor	Condiciones
Punto de ebullición	277.4 °C	760 Torr
Punto de ebullición	183 °C	50 Torr
Punto de ebullición	144 °C	10 Torr
Presión de vapor	<0.01 Torr	20 °C

el vacío 5 min más tarde. En todos estos casos anteriores se observan burbujas de un gran tamaño, alrededor de 1 mm de radio. La muestra (d), curada a presión atmosférica, presenta burbujas de menor tamaño pero aún así el resultado no es aceptable.

Para entender este resultado, recurrimos a la hoja de datos del endurecedor TETA del fabricante Tosoh como ejemplo (ver Tabla 10.4). Supongamos que el curado se realiza a temperatura ambiente, es decir, no existe fuente de calor externa que aumente la temperatura de la resina mientras se endurece. De esta forma, sólo la reacción elevará localmente la temperatura de los componentes mezclados. Con las rampas de vacío empleadas, la presión irá disminuyendo gradualmente dando lugar a dos fenómenos: el primero, asociado al punto de ebullición y, el segundo, a la presión de vapor. A medida que la presión disminuye, el punto de ebullición también lo hace tal como se aprecia en la Tabla 10.4. Presiones de 10 Torr o menos fácilmente se consiguen con la bomba mecánica. Llegado este punto, el TETA comienza a ebullicir produciendo más burbujas dentro de la resina. Al mismo tiempo, la temperatura de la reacción comienza a aumentar. Debido a que la presión de vapor aumenta con la temperatura, llegaremos fácilmente al punto en que el TETA pasa a estado gaseoso por la baja presión exterior. Esto produce una reducción de la relación endurecedor/epoxi por lo que la resina no curará en las condiciones óptimas elegidas. El cuadro, se acelera si el curado se realiza a mayores temperaturas ya que la presión de vapor aumentaría y por ende el TETA pasa a estado gaseoso a presiones más altas que 0.01 Torr.

Este análisis nos permite entender que el curado es conveniente realizarlo a presión atmosférica y que debemos evitar la introducción de burbujas du-

rante la preparación. Para ello, realizamos un ensayo donde cada componente fue calentado antes de agregarlo a la mezcla. En particular, calentamos a 60 °C ya que observamos una disminución en la viscosidad de la resina y aún estamos lejos de la temperatura de curado sugerida, i.e. ≥ 80 °C. La baja viscosidad facilita el desplazamiento de burbujas dentro de la resina o el endurecedor hacia el exterior. La aplicación de la resina se realizó sin jeringa, calentando cada componente por separado durante 3 min a 60 °C y mezclando cuidadosamente, evitando la introducción de burbujas durante todo el procedimiento. Asimismo, previamente se calentó a 60 °C el encapsulado cerámico para evitar un aumento de la viscosidad. Esto facilita la distribución de la mezcla entre los alambres de oro y evita la aparición de burbujas indeseadas durante la aplicación en la cavidad. Finalmente, se realizó el curado a 80 °C en plancha calefactora durante 4 h a presión atmosférica.

En la Figura 10.6 se muestra la imagen de la resina curada. Una rápida inspección mediante una lupa digital permite determinar la dimensión de las burbujas atrapadas en la matriz de la resina luego del curado. Para obtener la distribución de radios de las burbujas analizamos la imagen en escala de grises. En primer lugar, aplicamos un filtro binario de intensidades donde fijamos el umbral manualmente con el fin de discriminar la intensidad de fondo de los reflejos producidos por la superficie de las burbujas por el cambio de índice de refracción. Luego, realizamos la detección de partículas de excentricidad entre 0.2 y 1. Finalmente, se estimó el radio como $r = \sqrt{A/\pi}$ con A el área de las burbujas. En la Figura 10.6b podemos apreciar la distribución de radios de la imagen de la Figura 10.6a. En el inset, se muestra la localización de las partículas (elipses) devuelta por el algoritmo.

A partir de este análisis, podemos concluir que tenemos una polidispersión de burbujas con radios del orden de los 10 μm . Por otro lado, si bien las dimensiones resultan significativamente menores que las pruebas anteriores, la densidad de burbujas es elevada ~ 450 burbujas/ mm^3 . Este resultado es aceptable para nuestro objetivo ya que logramos maximizar el área de contacto entre el soporte cerámico y la resina, y logramos reducir el volumen de las burbujas. El siguiente paso es la disminución de la densidad de burbujas que puede realizarse teniendo mayor cuidado durante el mezclado.

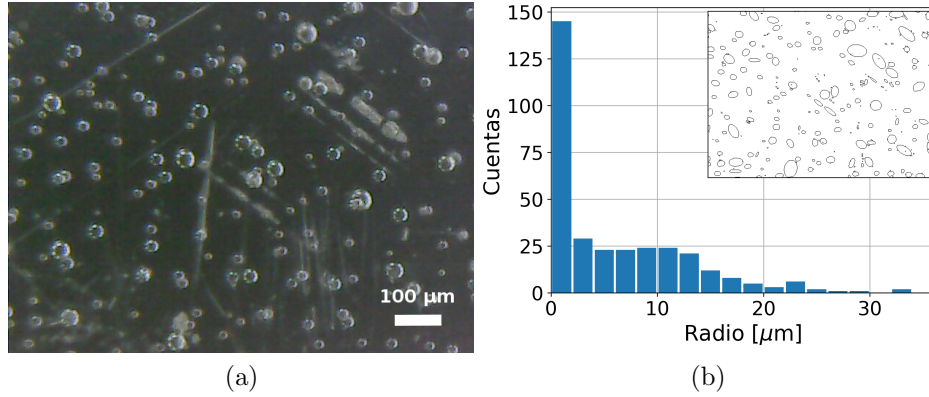
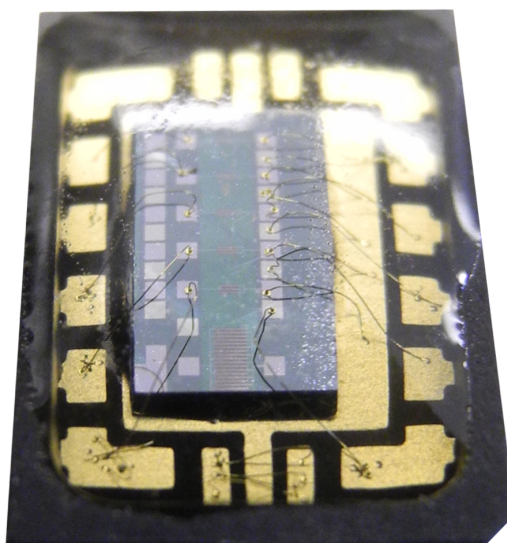


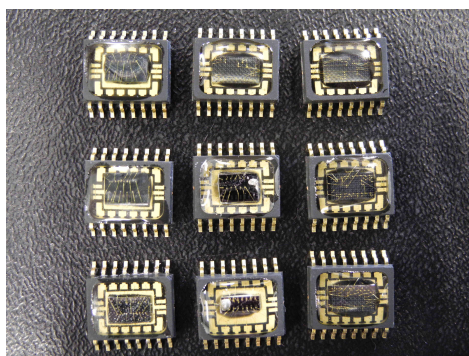
Figura 10.6: Imagen de las burbujas presentes en la resina epoxi luego de curar 4 h a 80 °C y presión atmosférica. La aplicación se realizó con espátula, sin jeringa.

En la Figura 10.7, se muestran varias imágenes de dispositivos finalizados. En (a) puede observarse la apariencia final del encapsulado y la baja densidad de pequeñas burbujas residuales en la matriz epoxi endurecida. En (b) se muestran los dispositivos preparados para integrar en LabOSat y en (c) dispositivos tipo *cross-bar* empaquetados para integrar en el controlador MeMOSat. Vale destacar, que entre cada paso de la etapa de empaquetamiento, desde el depósito de los *pads* hasta la protección con resina epoxi, se realiza una prueba eléctrica para ver si el dispositivo sigue funcionando como se espera.

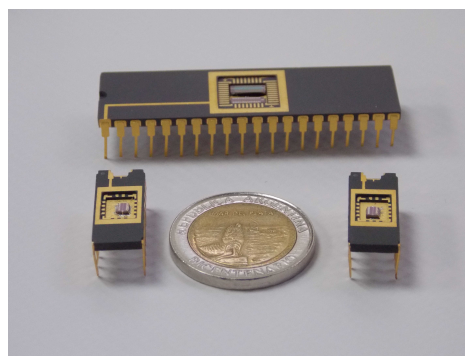
Por último, fue necesario validar el proceso de encapsulado para aplicaciones espaciales ya que uno de los objetivos del presente trabajo es operar los dispositivos en el espacio en órbitas de baja altitud (Capítulo 10). Esta prueba de validación se realizó con los dispositivos completamente empaquetados. Se sometió un encapsulado DIP-40 con memorias *cross-bar* soldadas con alambre de oro a pruebas de vacío en nuestros laboratorios y a pruebas de vibración a cargo de la empresa Satellogic. Luego de los ensayos el encapsulado fue inspeccionado mediante una lupa en búsqueda de fallas mecánicas y se probaron las conexiones eléctricas a fin de detectar si hubo daños en el alambre y sus soldaduras. El encapsulado superó exitosamente ambas pruebas, luego de 14 h a $7.5 \cdot 10^{-6}$ Torr no se observó ninguna falla o quiebre del encapsulado cerámico así como tampoco de la resina epoxi. Las pruebas de



(a)



(b)



(c)

Figura 10.7: Dispositivos empaquetados en soportes cerámicos comerciales de cavidad abierta para integrar en las placas LabOSat y MeMOSat.

vibración armónica y aleatoria de 10 Hz a 1 kHz con una amplitud máxima de 6.8g (RMS) tampoco produjeron daño alguno. No se hallaron fallas físicas como tampoco eléctricas.

10.2. Respuesta bajo haz de protones

La irradiación de dispositivos de RS con protones está motivada por la fuerte presencia de esta especie en las órbitas de baja altitud. El cinturón de

Van Allen interior tiene, en relación con el exterior, una baja componente de electrones de alta energía pero una componente importante de protones de alta energía. A ~ 500 km de altura, donde está operando LabOSat la evidencia más contundente de esto son las simulaciones de SPENVIS de las fluencias de electrones y protones atrapados y protones solares. Los resultados de la simulación se presentan en la Figura 10.8 donde mostramos la fluencia diferencial e integral⁴ para un año en la órbita del ÑuSat-1 (datos de la órbita en la Tabla 10.6).

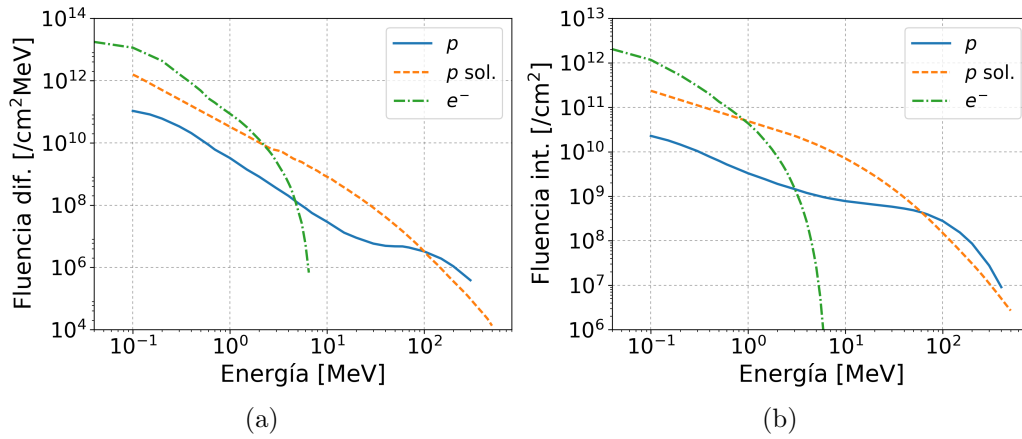


Figura 10.8: Fluencias diferenciales e integradas de partículas cargadas en LEO. Simulación de SPENVIS para un año en LEO en la órbita del ÑuSat-1 donde se encuentra LabOSat.

Como podemos apreciar en los gráficos, a lo largo de un año, la fluencia integrada para altas energías $\Phi(> 2 \text{ MeV})$ de electrones resulta menor a las otras especies. Esto, en combinación con el poder de frenado del aluminio empleado como blindaje (Figura 2.6 de la Sección 2.4) consigue reducir significativamente la dosis absorbida de electrones por los componentes dentro del satélite. Esta observación podrá verse reflejada en los resultados de la Sección 10.3 donde se muestran los resultados para dosis total ionizante (recordemos que la fluencia y el poder de frenado se relacionan con la dosis según la Ecuación 2.3). Respecto de los protones, observando la fluencia diferencial de ambas especies notamos que a 10 MeV contamos con $8.47 \cdot 10^8$

⁴La fluencia integral $\Phi(> E)$ se define como la fluencia total de partículas cuya energía es mayor a E . De esta forma, la fluencia diferencial se relaciona con la diferencial según $\Phi(> E) = \int_E^\infty \Phi(E) dE$.

p/cm^2 . Proyectando este valor a una misión en LEO típica, $\gtrsim 3$ yr, la fluencia se incrementaría un orden de magnitud. Nuevamente, considerando un blindaje de aluminio la dosis absorbida podría reducirse pero no con tanta efectividad como con los electrones. En resumen, la motivación para este ensayo es la observación del comportamiento del dispositivo frente a fluencias comparables a las presentes en aplicaciones espaciales.

La irradiación se llevó a cabo en las instalaciones del Tandem del CAC-CNEA. El experimento consistió en la caracterización *in situ* de un dispositivo *cross-point* mientras es irradiado con un haz de protones de 10 MeV. El dispositivo, fabricado con $p(\text{O}_2) = 0.25p_{\text{tot}}$, posee un área de $12 \times 12 \mu\text{m}^2$ y fue configurado en un estado de baja resistencia. Para la caracterización realizamos una serie de curvas I - V intercaladas con intervalos de irradiación de protones. La SMU de LabOSat fue configurada para estimular al dispositivo con una rampa pulsada de corriente entre -1.3 y 1.3 mA de forma tal que evitamos la conmutación del mismo. Durante el experimento protegimos a LabOSat con una placa de 2 mm de espesor de aluminio para evitar la irradiación del resto de los módulos del controlador. La configuración experimental se puede encontrar en la Figura 9.8b de la Sección 9.4. En la Tabla 10.5 mostramos los intervalos de irradiación a los que sometimos la muestra. Debido al desperfecto que sufrieron algunos componentes que quedaron fuera de la protección del blindaje solo hemos podido utilizar 4 de los 8 intervalos de irradiación realizados. Los argumentos de esta decisión están apoyados por el análisis presentado en el Apéndice E.

Tabla 10.5: Intervalos de irradiación sobre dispositivos ReRAM de TiO_2 controlador por LabOSat. Especie: protones de 10 MeV en Tandem CAC-CNEA.

Intervalo	Duración	Flujo	Fluencia	Fluencia acumulada
	[s]	[$\text{p}/\text{cm}^2\text{s}$]	[p/cm^2]	[p/cm^2]
1	9	$3.12 \cdot 10^8$	$2.81 \cdot 10^9$	$2.81 \cdot 10^9$
2	54	$3.30 \cdot 10^8$	$1.78 \cdot 10^{10}$	$2.06 \cdot 10^{10}$
3	180	$3.34 \cdot 10^8$	$6.02 \cdot 10^{10}$	$8.08 \cdot 10^{10}$
4	600	$3.57 \cdot 10^8$	$2.14 \cdot 10^{11}$	$2.95 \cdot 10^{11}$

En la Figura 10.9 mostramos las curvas medidas para el dispositivo irra-

diado. Como podemos apreciar el dispositivo se mantuvo prácticamente durante los 4 intervalos de irradiación en el estado LR de $\sim 2 \text{ k}\Omega$. Entre los intervalos 3 y 4 observamos un corrimiento de la curva I - V hacia un estado levemente más resistivo. El desplazamiento producido respecto de la curva anterior resulta aproximadamente $45 \text{ mV @ } 1 \text{ mA}$ y $-80 \text{ mV @ } -1 \text{ mA}$. El cambio no es temporal sino que 14 h luego del intervalo 4 el dispositivo presenta la misma respuesta I - V . Al analizar rápidamente las curvas I - V en un gráfico log-log (no mostrados aquí) podemos deducir que el mecanismo de conducción no cambia⁵.

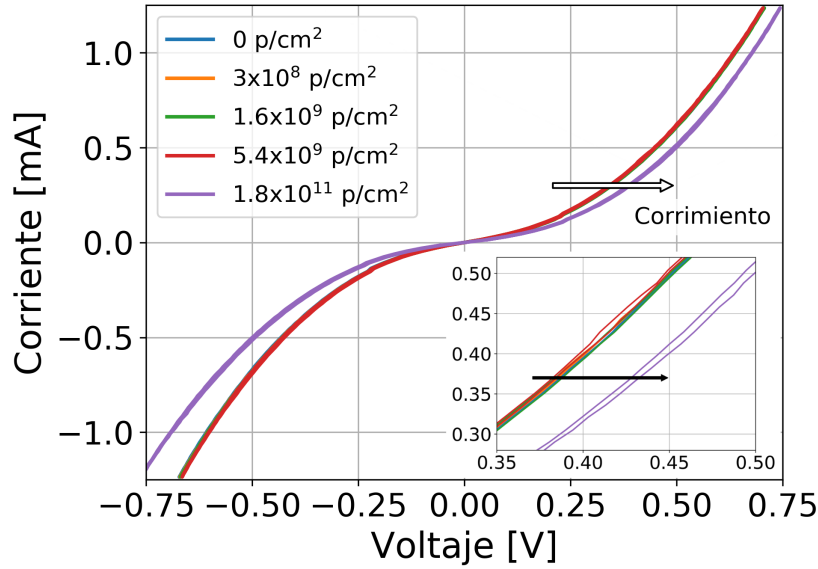


Figura 10.9: Curva I - V de un dispositivo *cross-point* al ser irradiado con protones.

Simulaciones con TRIM nos permiten comprender la dinámica microscópica del experimento para intentar responder porqué la curva mostró un corrimiento hacia un estado más resistivo. La simulación fue realizada sobre una multicapa de $\text{Al/TiO}_2/\text{Ti}/\text{Au}/\text{Ti}$ con espesores $500/300/30/50/30$ en nm con 15 mil protones incidiendo sobre el electrodo superior de Al. Se consideraron todas las interacciones primarias y secundarias usando la opción “cascada completa”. Repasando lo comentado en la Introducción, al incidir

⁵El mecanismo que predomina a tensiones bajas es óhmico como demostramos en la Sección 6.3.2 pero a tensiones mayores este mecanismo convive con SCLC aunque PF no fue descartado.

sobre el dispositivo, los protones interactúan con los materiales principalmente de tres formas distintas: ionizando el medio y generando EHP, excitando directamente fonones de la estructura del material, y produciendo desplazamientos y vacancias generando núcleos de retroceso (*nuclear recoil* en inglés) del material⁶. Estos últimos, los núcleos de retroceso, son producidos cuando el protón entrega una energía mayor a la de ligadura más un adicional en energía cinética del núcleo. Si esto sucede el núcleo de retroceso es capaz de interactuar a través de los mismos mecanismos que el protón pero con la diferencia de que tiene mayor masa. El resultado final es una cascada de interacciones que dan lugar a efectos combinados de protones y de núcleos de retroceso.

Una vez finalizada la simulación, TRIM devuelve las distribuciones de varias magnitudes de interés. A los fines de este experimento mostraremos las distribuciones de: eventos de ionización, generación de fonones, generación de vacancias y generación de núcleos de retroceso. Las distribuciones que retorna TRIM están normalizadas a un protón. Para aplicar la simulación directamente a nuestro experimento hemos calculado las distribuciones para el número de iones que conseguimos en nuestro experimento. La fluencia del cuarto intervalo multiplicada por el área del dispositivo nos brinda la cantidad de protones que incidieron sobre la multicapa. Este cálculo es una muy buena aproximación ya que a esta energía el rango lateral de un haz unidimensional de protones (calculado con TRIM) es aproximadamente ~ 10 nm. En definitiva, la cantidad de protones en nuestro experimento resulta $4.25 \cdot 10^5$.

Los resultados de la simulación están condensados en los histogramas de la Figura 10.10. En el inset de la Figura 10.10a observamos que los protones atraviesan a la estructura del dispositivo sugiriendo que no hubo implantación. El resultado arrojado por TRIM indica que el 100 % de los protones incidentes fue transmitido. Por otro lado, la simulación también indica que el 99.95 % de la energía transferida a la multicapa fue mediante ionización directa, el 0.02 % fue transferida directamente a los fonones de la estructura y el 0.03 % fue destinada a la generación de núcleos de retroceso. A su vez,

⁶SRIM no tiene en cuenta la pérdida por radiación de frenado.

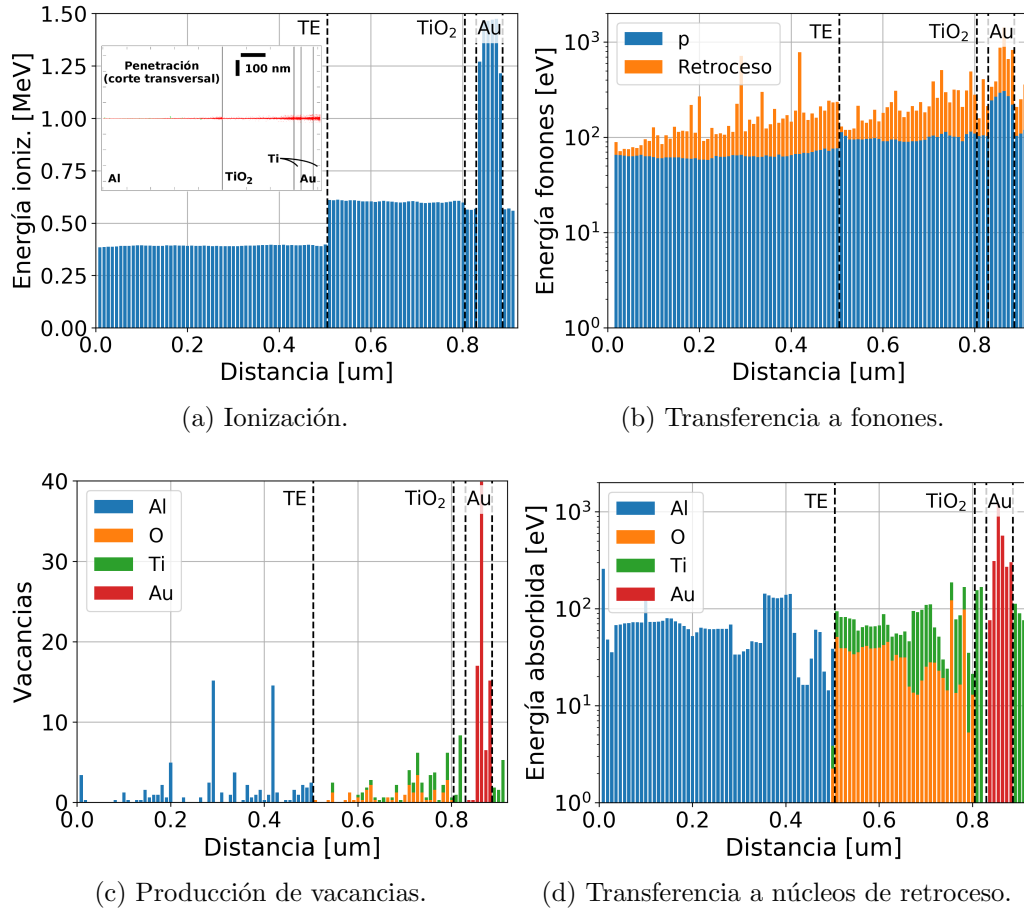


Figura 10.10: Mecanismos de pérdida de energía. Resultados de la simulación con SRIM para protones de 10 MeV sobre un dispositivo de TiO₂. (a) Energía impartida en ionización. (b) Producción de vacancias por protones y núcleos de retroceso. (c) Energía entregada a fonones de la estructura. (d) Energía absorbida por los núcleos de retroceso en la interacción nuclear elástica. Entre la capa de TiO₂ y Au se encuentra la capa de Ti.

estos últimos depositaron su energía en fonones. Esto podemos calcularlo a partir de las áreas de los histogramas de las Figuras 10.10a y 10.10b.

Por otro lado, podemos ver que la cantidad de vacancias generadas resulta extremadamente baja para cualquier material involucrado en el apilamiento simulado, especialmente, para el oxígeno. Este resultado es consistente con nuestra observación experimental. Si nuevas OV fueran generadas en el óxido de titanio la resistencia del dispositivo disminuiría en vez de aumentar.

El gráfico de la Figura 10.10d nos muestra la energía impartida a los

núcleos de retroceso. El evento predominante en la cascada de estos núcleos resultó ser la transferencia de energía vía fonones. El mecanismo de ionización mostró transferencia de energías despreciables para la cantidad de protones conseguidas en nuestro experimento. La consecuencia de esto es observada en el gráfico de fonones donde a la contribución de los protones se suma la de los átomos de retroceso (todos agrupados como “Retroceso”)

Con estos resultados, tenemos entonces solo dos fuentes de energía dentro del TiO_2 que pudieron haber causado el aumento de resistencia del dispositivo. Estas dos fuentes son la energía de ionización y la transmitida a los fonones de la estructura. Nuestra hipótesis es que la resistencia del dispositivo incrementa debido a un recocido (*annealing*) producido por un aumento de temperatura local debido a la energía entregada a los fonones durante la irradiación. Como el dispositivo no fue estimulado durante la irradiación sino luego de cada intervalo, los pares electrón-hueco generados por ionización probablemente hayan sido recombinados inmediatamente. El proceso de recombinación dura entre picosegundos y nanosegundos (según la temperatura del material) y el tiempo entre la finalización del intervalo de irradiación y la ejecución de la curva I - V fue mayor que dichos rangos. Además, como el TiO_2 es un semiconductor de *band-gap* indirecto [159] es más probable que los mecanismos de recombinación de los EHP generados por ionización sean del tipo no-radiativos que radiativos [27]. Por ende, la recombinación es asistida por trampas como OV y centros metálicos de Ti^{+3} que forman estados intermedios en la banda prohibida del TiO_2 [160]. Estos mecanismos, entonces, no generan calor por lo que podemos descartar que contribuyan a un aumento de temperatura de la muestra.

Destacando el resultado, podemos decir que nuestro dispositivo soporta al menos fluencias de $\sim 10^{11}$ p/cm² sin ser afectado significativamente. Por lo visto al comienzo de la Sección, esta fluencia resulta dos órdenes de magnitud mayor que la existente en una misión de 3 años en LEO sin blindaje.

10.3. Experimentos en LEO

Los experimentos en LEO fueron realizados a bordo de microsátélites de la compañía Satellogic. En la Figura 10.11 mostramos los satélites donde fueron poblados nuestros controladores y la posición aproximada de LabOSat en ÑuSat-1. Las primeras mediciones de dosimetría en LEO sobre nuestro controlador fueron realizadas a bordo del BugSat-1 por MeMOSat. Los experimentos sobre dispositivos de RS basados en TiO_2 en conjunto con nuevas mediciones de dosimetría fueron realizadas a bordos del satélite ÑuSat-1 por LabOSat. Aunque los controladores se encuentra en el espacio desde la colocación del satélite en órbita, los datos que presentamos a continuación fueron registrados 164 días después de dicho momento para MeMOSat y 100 días para LabOSat. Estos períodos abarcan desde el comienzo de la operación de desde noviembre 2014 hasta abril 2017 para MeMOSat (únicamente dosimetría) y desde el 7/09/2016 hasta el 7/07/2017 para ÑuSat-1.

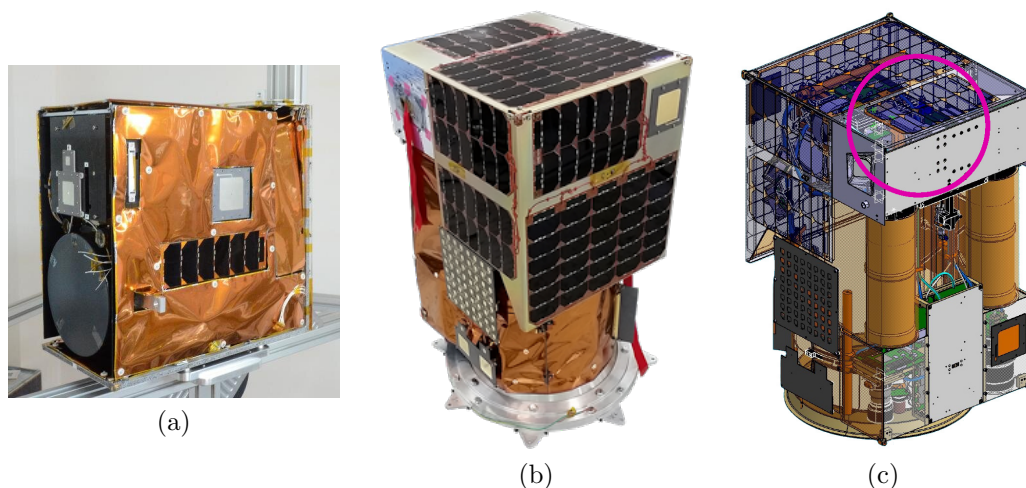


Figura 10.11: Microsatélites y LabOSat. (a) Microsatélite Tita donde opera la primera versión de nuestro controlador, MeMOSat. Peso: 22 kg. Tamaño: $27 \times 50 \times 50 \text{ cm}^3$. (b) Ilustración de los satélites de la serie ÑuSat de la constelación Aleph de la compañía Satellogic. Peso: 37 kg. Tamaño: $40 \times 43 \times 75 \text{ cm}^3$. (c) Ubicación de LabOSat en el microsatélite ÑuSat marcada con círculo rosa.

10.3.1. Condiciones de operación

Por condiciones de operación nos referimos a la información de temperatura y tensión de alimentación a la que está sujeta LabOSat. En la Figura 10.12, podemos observar la temperatura promedio por día registrada por LabOSat en función del tiempo. A diferencia de otras aplicaciones de LabOSat, en LEO, las condiciones ambientales de vacío y radiación de la órbita sol-sincrónica causan variaciones pico a pico de 6 °C en un mes y una variación lenta a lo largo del año. El histograma de las temperaturas de operación, Figura 10.12b, permite ver claramente el rango de temperaturas donde LabOSat está operando durante la misión. Además, se muestra la temperatura registrada por el sistema que aloja a LabOSat dentro del satélite. Se puede observar una pequeña diferencia de 1.4 °C entre ambos histogramas. Teniendo en cuenta la precisión nominal de ambos sensores (± 3 °C), los intervalos de confianza de las mediciones se superponen entre sí con un 80 % de probabilidad. Sin embargo, como esta pequeña diferencia es sistemática, podría estar relacionada con el hecho de que los sensores no fueron calibrados juntos.

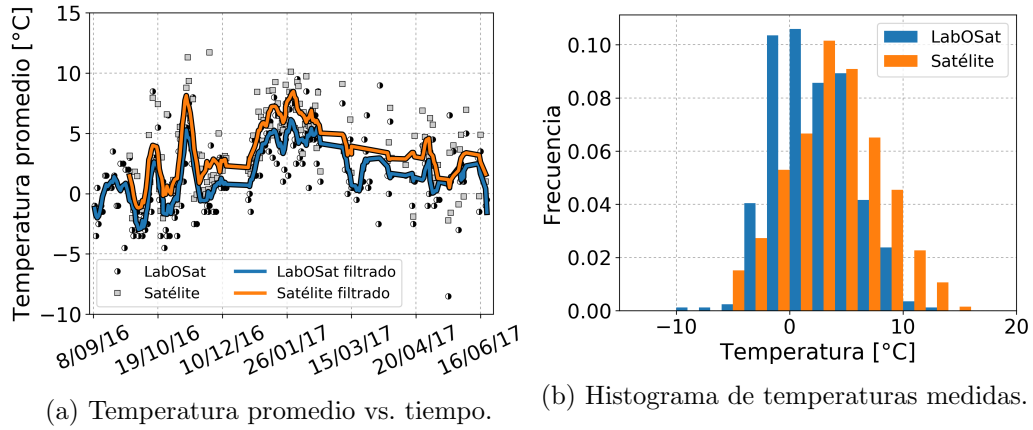


Figura 10.12: Telemetría térmica medida por LabOSat a bordo de ÑuSat-1. (b) Tamaño de la muestra de los datos de LabOSat: 434. Satélite: 330.

El tensión de alimentación registrada por el controlador se encontró entre 11.5 y 12.5 V como puede ver en la Figura 10.13a. El origen de esta gran variación está en la demanda de potencia de los sistemas del satélite. A di-

ferencia de la misión MeMOSat-1 donde la tensión de alimentación (9 V) estaba garantizada por la baja operatividad del satélite, LabOSat se encuentra atado a las variaciones inducidas por el consumo de los otros sistemas del satélite. En la Figura 10.15b mostramos la tensión de alimentación brindada por la batería de ÑuSat-1 durante la ejecución de nuestros experimentos en LabOSat (~ 20 min). Como podemos apreciar, durante un mismo Test Estándar la tensión de la batería puede variar entre 11 y 13 V. Suavizando los datos podemos estimar que la tensión fluctúa alrededor del valor medio con una figura de ruido de ~ 100 mV.

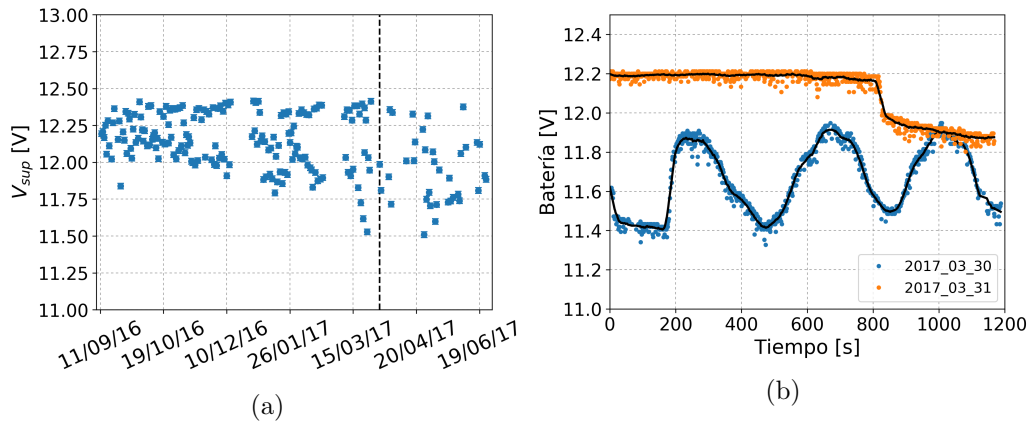


Figura 10.13: (a) Tensión de alimentación registrada por LabOSat a bordo de ÑuSat-1. Datos registrado al comienzo del Test Estándar. La línea negra rayada marca el 30/03/2017 cuando la tensión de batería era la mostrada en (b). (b) Tensión de batería de ÑuSat-1 entregada a LabOSat durante la ejecución de un Test Estándar con un muestreo de 1 medición/s. Se muestran dos días consecutivos 30/03/2017 y 31/03/2017. Las líneas negras son los datos suavizados mediante el filtro Savitzky-Golay utilizando polinomios de primer orden con una ventana de 21 puntos.

10.3.2. Dosimetría

Antes de analizar las mediciones de dosimetría en LEO debemos tener en cuenta algunos factores que modifican la dosis dentro de los satélites.

Blindaje

Por un lado, las misiones satelitales o de vehículos espaciales utilizan un blindaje compuesto de espuma de aluminio y capas de aislación térmica denominadas MLI, *Multi Layer Isolation*, como la que se puede apreciar de color “anaranjado” en la foto del BugSat-1, Figura 10.11a. El blindaje protege a los componentes electrónicos sensibles a radiación y a la vez ayuda al control de la pérdida de radiación térmica [38]. La mayor contribución al frenado de la radiación está dada por la espuma de aluminio. Simulaciones en SPENVIS nos permiten ver la dependencia de la dosis total ionizante con el espesor del blindaje de aluminio. En la Figura 10.14 mostramos los resultados de la simulación para la órbita de LabOSat a bordo de ÑuSat-1. Allí, podemos ver cómo al aumentar el espesor del blindaje se consigue reducir la dosis acumulada en el periodo de un año. Además, es interesante notar el poder de frenado que tiene el Al sobre las diferentes partículas. La distinción más notable está en los electrones atrapados que son atenuados completamente con 10 mm de Al mientras que los protones atrapados y los provenientes de las erupciones solares contribuyen en un 99 % a la dosis total (29 % y 70 %, respectivamente).

Recocido a largo plazo

El otro factor a tener en cuenta está asociado al uso de dosímetros MOS. Este tipo de sensores presenta un problema que afecta las lecturas dosimétricas a largo plazo: el recocido. El recocido o *annealing* a largo plazo es la recuperación de V_{th} con el tiempo. Esta dificultad se origina por la neutralización de la carga atrapada en el óxido a través de efecto túnel por el óxido de *gate* o la excitación térmica de los electrones [161, 162, 30]. Por este motivo, el recocido puede introducir errores en la cuantificación de TID si los sensores se caracterizan a una alta tasa de dosis. En otras palabras, si durante la aplicación se los somete a una tasa de dosis baja el recocido causa una recuperación significativa del V_{th} . Si utilizamos la sensibilidad de la caracterización de alta tasa estaremos sobrestimando la dosis absorbida *real*. En nuestro trabajo [127], demostramos que el efecto del recocido luego de 2.5 yr

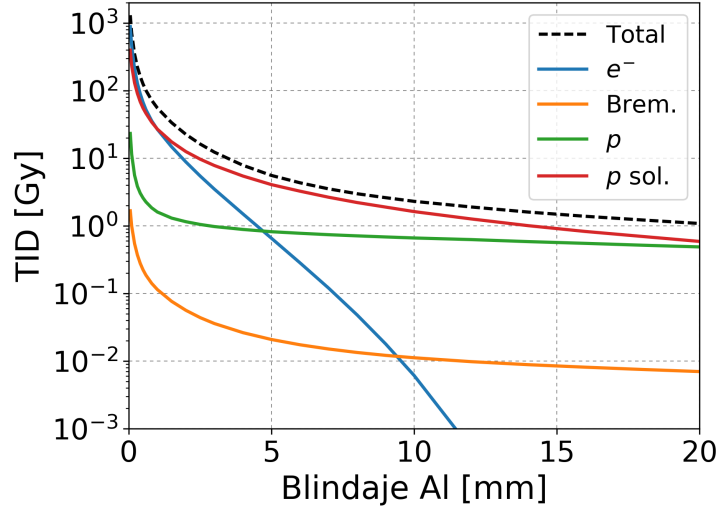


Figura 10.14: Dosis total ionizante en función del blindaje en una órbita LEO de 97.5° de inclinación y 500 km de altura promedio (datos de la órbita en la Tabla 10.6). Período de simulación: 30/05/2016 a 30/05/2017. Para el cálculo de TID se tuvieron en cuenta protones y electrones atrapados en los cinturones de radiación, protones de erupciones solares y radiación de frenado *bremssstrahlung*.

en nuestros dosímetros produce la recuperación de V_{th} en un 60 % respecto del inicial causado por la caracterización a dosis alta. Es decir, $\Delta V_{th}(2.5 \text{ yr}) = 0.4\Delta V_{th}(0 \text{ yr})$. Esto quiere decir que la sensibilidad a baja tasa de dosis será $s_{baja} = 0.4s_{alta}$. Esto es de gran importancia ya que en LEO la medición de la dosis total ionizante las haremos en la escala de años.

Resultados

En la Figura 10.15a podemos apreciar las mediciones de dosimetría a bordo del MeMOSat (BugSat-1). Los resultados de MeMOSat nos permiten obtener una dosis total ionizante para los 2.34 años en órbita. En la figura, graficamos el corrimiento de la tensión de polarización ΔV_{GS} tomando como referencia la tensión de polarización de las pruebas realizadas antes del despegue. Para analizar la dosis total acumulada, debemos mirar el corrimiento total de la tensión de polarización de los dosímetros. Estas diferencias resultaron $(22.1 \pm 1.0) \text{ mV}$ y $(35.5 \pm 1.6) \text{ mV}$ para los dosímetros 1 y 2, respectivamente. Utilizando las sensibilidades de baja tasa de dosis $s_{baja1} =$

2.72 mV/Gy y $s_{\text{baja}2} = 3.01$ mV/Gy obtenemos (8.12 ± 0.37) Gy y (11.8 ± 0.4) Gy, respectivamente.

La diferencia entre las dos mediciones no es despreciable. Los dosímetros se encuentran distanciados algunos milímetros dentro de la placa por lo que debemos esperar dosis absorbidas similares. Sin embargo, debemos considerar la posibilidad de que el recocido afecte de forma diferente a cada dosímetro. Suponemos que el dosímetro 1 sufrió un recocido mayor a lo largo de los 2.34 años mientras que dosímetro 2 mantuvo gran parte la carga atrapada. Con esto en mente, debemos tomar como medida representativa al de mayor dosis, es decir, el dosímetro 2. Con esto podemos decir que MeMOSat absorbió ~ 12 Gy(Si) de dosis total ionizante durante un período de 2.34 años de funcionamiento. Este valor de TID implica una tasa de dosis aproximadamente de (5.04 ± 0.17) Gy/yr producida por todas las partículas primarias que se encuentran en la órbita de BugSat-1, y todas las secundarias generadas dentro del satélite y la electrónica circundante a los dosímetros.

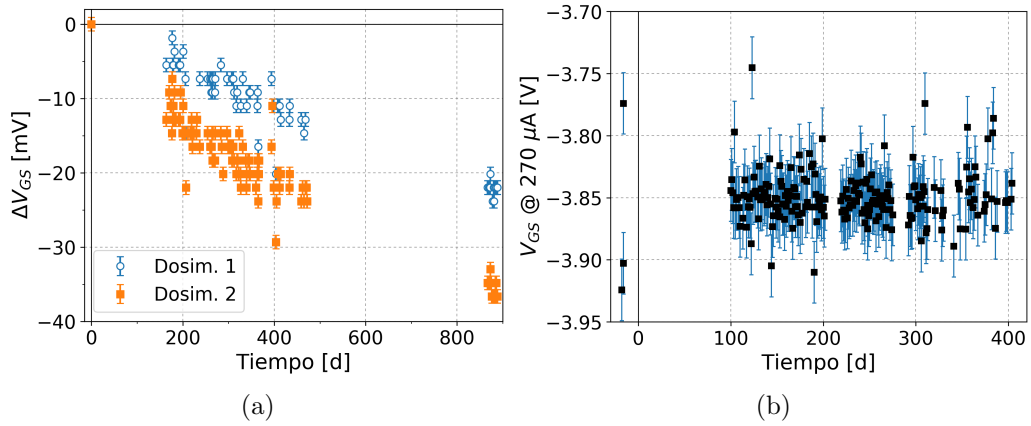


Figura 10.15: (a) Corrimiento de la tensión umbral en función de los días para la misión MeMOSat-1. 888 d = 2.34 yr. (b) Mediciones de V_{GS} mientras inyectamos $270 \mu A$ en el *drain* del dosímetro en LabOSat. 402 d = 1.1 yr. En ambos gráficos, a tiempo cero se produce la puesta en órbita del satélite.

En la Figura 10.15b observamos las mediciones de dosimetría en LabOSat (ÑuSat-1). La diferencia con las mediciones registradas por MeMOSat radica en las variaciones en la tensión de alimentación del circuito de dosimetría. A pesar de la implementación de las correcciones de tensión de alimentación,

temperatura y variaciones de la corriente de polarización (Sección 9.3), las variaciones impiden la comparación directa de las mediciones entre diferentes días y, en consecuencia, apantallan la clara lectura de la dosis acumulada.

Para extraer información de estas mediciones conviene observar los datos en un histograma, Figura 10.16. En el gráfico, el área gris corresponde a una dispersión 2σ en torno al valor medio de las mediciones (línea negra sólida) o, lo que es lo mismo, 1σ hacia tensiones cada vez más negativas. En primer lugar, podemos observar que tenemos varias mediciones atípicas, alejada del valor medio y fuera de la región de 2σ . Estos datos probablemente estén asociados a grandes fluctuaciones en la tensión de alimentación fuera de lo esperado aún con las variaciones mostradas en la Figura 10.15b. En segundo lugar, la sensibilidad del dosímetro a baja tasa de dosis es 4.52 mV/Gy, por lo que si comparamos con el dosímetro de MeMOSat cuya sensibilidad es similar a este valor podemos esperar un corrimiento de -16 mV en 402 días. Este corrimiento es indicado, respecto del valor medio, con la línea roja rayada. Podemos sospechar que esta estimación es acertada debido a los bins de mayor cuentas a la izquierda de la región de 2σ (marcados con la flecha). Entonces, podemos suponer que la dosis absorbida máxima está determinada por el primer bin fuera de la región gris, es decir, entre -3.875 y -3.870 V. Tomando el corrimiento como la distancia entre centro del bin y el valor medio, i.e. 22.5 mV, la dosis absorbida resulta $4.98 \text{ Gy} \sim 5 \text{ Gy}$.

Estos resultados se encuentran en el mismo orden de magnitud que los arrojados por simulaciones con SPENVIS. Además, aunque los flujos de partículas energéticas varían con la época y la actividad solar, otros autores informan dosis comparables a la obtenidas para diferentes misiones en LEO [163, 164, 165]. En la Tabla 10.6 podemos observar los datos de TID de MeMOSat y LabOSat junto con sus simulaciones y lo reportado en las referencias.

Respecto de lo obtenido con la simulación para MeMOSat, podemos observar que existe una diferencia con lo medido. Esta diferencia se origina por la imposibilidad de definir una geometría que se aproxime a la situación actual del satélite. Para la simulación hemos considerado que un blindaje esférico de 10 mm de espesor de espuma de aluminio. Sin embargo, la información

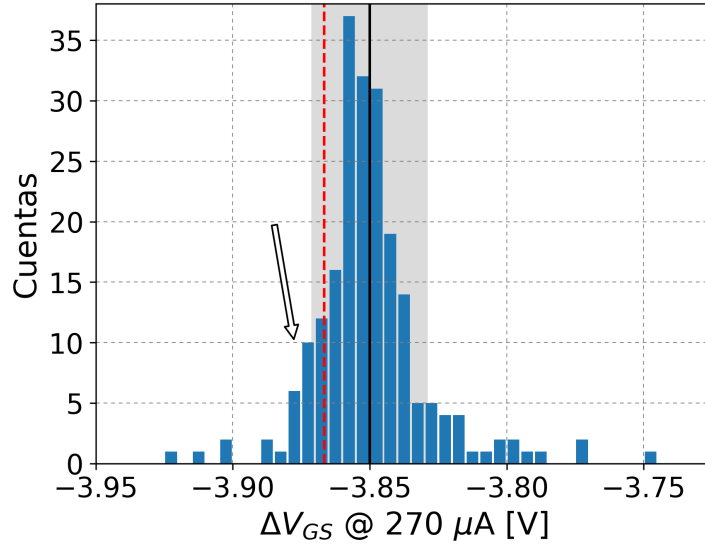


Figura 10.16: Histograma de V_{GS} mientras inyectamos $270 \mu A$ en el *drain* del dosímetro en LabOSat-1. El tamaño del bin es 5 mV. El valor medio de los datos se representa con una línea negra sólida y en gris marcamos un área de 2σ en torno al valor medio.

brindada por el fabricante indica que el blindaje de BugSat-1 (aproximado como un tetraedro) comprende cinco caras de aluminio y una solamente de MLI⁷. Es decir, habrá mayor flujo de partículas por ese sector haciendo que la dosis sobre nuestro controlador sea mayor. En conclusión, la información de dosimetría en MeMOSat es bastante confiable.

La dosis esperada en el período de operación de LabOSat a bordo de ÑuSat-1 según SPENVIS resulta considerablemente mayor a lo estimado. Para la simulación empleamos una geometría esférica de 1.6 mm de Al ya que el formato ÑuSat posee un blindaje reducido. Sin embargo, los resultados de nuestras estimaciones indican una dosis un orden menor. Podemos aseverar que 33 Gy/yr está lejos de ser la tasa de dosis sobre LabOSat. Si así lo fuera tendríamos un corrimiento de $V_{GS} \sim 134$ mV. Esta inconsistencia en la simulación surge de simplificar el blindaje. Además de la placa de aluminio debemos considerar el frenado de los elementos circundantes a LabOSat, estos son, la placa que aloja al controlador, estructura, MLI, paneles solares

⁷MeMOSat está ubicada en un porta-placas de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ fijo a una de las placas de aluminio, cercano a la cara de MLI. Las placas de espuma de aluminio son de (9.85 ± 0.02) mm de espesor.

Tabla 10.6: Dosis total ionizante para diferentes LEOs. La dosis “Sim.” hace referencia a nuestra simulación con SPENVIS para los parámetros orbitales de cada misión. Inc: inclinación de la órbita. SSO: órbita sol-sincrónica. NEqO: órbita cerca del ecuador (muy baja inclinación). En todos los casos el blindaje fue de aluminio. Las referencias de los trabajos son Samwel *et al.* [163], Holmes-Siedle *et al.* [164] y Suparta *et al.* [165].

Fuente	Órbita	Inc	Perigeo [km]	Apogeo [km]	Blindaje [mm]	TID [Gy/yr]
MeMOSat	SSO LEO	98.0°	567.9	612.4	10	5.04
Sim. MeMOSat	SSO LEO	98.0°	567.9	612.4	10	2.9
LabOSat	SSO LEO	97.5°	481	501.7	1.6	~5
Sim. LabOSat	SSO LEO	97.5°	481	501.7	1.6	33
Samwel	LEO	28.40°	597	618	10	2.2
Samwel	Polar LEO	98.50°	724.7	839.3	10	5.8
Holmes-Siedle	Elíptica	10°	600	30600	9	60
Suparta	NEqO LEO	8.98°	660	684	10	0.8

(Figura 10.11b), entre otros. Para la órbita de ÑuSat-1, la tasa de dosis estimada de ~ 5 Gy implica un blindaje efectivo de 9 mm de Al.

Vale aclarar que Holmes-Siedle *et al.* reportan 60 Gy/yr para las sondas “Van Allen” A y B que realizan trayectorias elípticas que recorren LEO y GEO abarcando el cinturón exteriores del cinturón de radiación por lo que mayor radiación es esperable [164]. Suparta y colaboradores reportan una dosis un orden de magnitud debajo de nuestros resultados debido a la baja inclinación de la órbita (menos influencia de las erupciones solares). Además, los datos de Suparta fueron extrapolados utilizando una función hiperbólica para obtener el espesor deseado del blindaje.

10.3.3. Desempeño de dispositivos *cross-point*

Los resultados de experimentos sobre celdas de geometría individual en LEO se pueden comparar cualitativamente con dispositivos similares probados en la Tierra. La Figura 10.17a muestra varios ciclos para una celda de TiO_2 *cross-point* medida con LabOSat en LEO (curvas grises). La curva rayada roja corresponde a una medición en Tierra, realizada previamente al lanzamiento, con LabOSat ya integrada al Satélite. Las flechas y los números indican el orden y el sentido en el que la curva es recorrida y ejecutada. En

la Figura 10.17c se muestra la conexión eléctrica empleada para contactar la celda de TiO_2 . El dispositivo es controlado con una rampa de pulsos de corriente hasta 6.8 mA como estímulo eléctrico positivo para causar la transición SET, y se aplican pulsos de voltaje hasta -1.8 V en la excursión negativa para producir un RESET. Como podemos ver, el DUT exhibe la curva característica de histéresis cruzada en el origen indicando la conmutación entre los estados HR y LR.

Después del lanzamiento del satélite, la primera ejecución de un Test Estándar en LEO es a los 100 días en órbita. Durante este período, el dispositivo retuvo el estado en el entorno LEO. Una vez ya operativo el satélite, se adquirió una única curva I - V todos los días. Esta forma de adquirir datos se eligió para demostrar retentividad día a día y para maximizar la vida útil de los dispositivos durante toda la misión (~ 3 yr).

En la Figura 10.17b mostramos varias curvas I - V de otro dispositivo con las mismas características (presión parcial de oxígeno, área y estímulo eléctrico) medidas en nuestro laboratorio. La primer curva adquirida se muestra en rojo. Como podemos ver, la transición de SET ocurre en el primer cuadrante a 1.3 V y 8 mA. Durante el RESET el dispositivo se conmuta a 1.5 V y 9 mA en el barrido 3. La secuencia completa de 40 curvas I - V fue adquirida en minutos.

Como podemos apreciar, la similitud entre ambos dispositivos es notable aún siendo medidos en condiciones totalmente diferentes. Los datos presentados están en acuerdo con la conmutación resistiva de la celda de óxido de titanio en Tierra.

Para observar la evolución del dispositivo en LEO, podemos calcular los estados de resistencia dinámica a partir de la región óhmica de la curva I - V . Esto puede verse en el recuadro superior izquierdo de la Figura 10.17a donde presentamos la tensión sobre la celda mientras el dispositivo es forzado con 1 mA. Las curvas nos muestran que después de algunos ciclos ambos estados se encuentran en un valor de resistencia alto. Es decir, se degrada el LRS.

Lo mismo podemos hacer con el dispositivo en Tierra. La evolución de los estados de resistencia del dispositivo para cada ciclo se puede encontrar

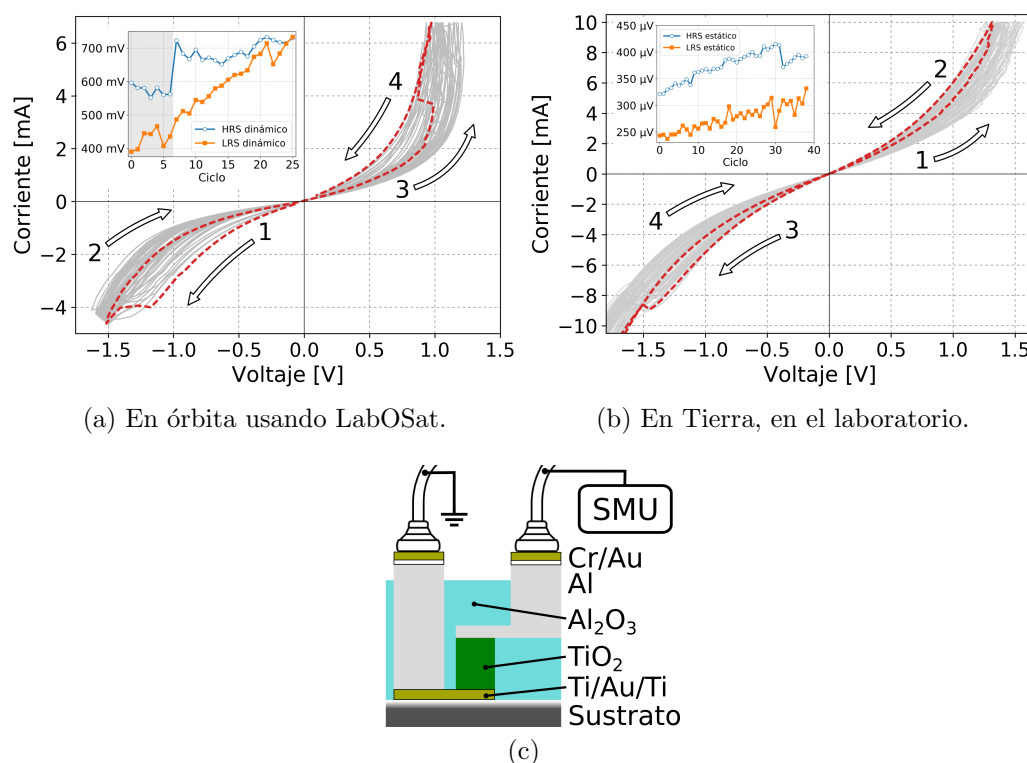


Figura 10.17: (a) Varios ciclos de una celda *cross-point* de óxido de titanio en LEO y primera curva adquirida con LabOSat antes de la integración al satélite (rojo rayada). Las siguientes curvas (gris) repiten el ciclo con una deriva a HRS como se puede ver en el recuadro superior izquierdo. Recuadro superior izquierdo: voltaje medido al obtener 1 mA. El área sombreada indica las mediciones antes del lanzamiento y puesta en órbita. Los primeros estados después de esa región se miden después de 100 días en LEO. (b) Curvas *I-V* de un dispositivo *cross-point* medido en nuestro laboratorio. Parte superior izquierda: voltaje medido a 1 μ A después de realizar la rampa positiva (LRS estático) y después de la rampa negativa (HRS estático). (c) Esquema de conexión eléctrica dentro del encapsulado integrado a LabOSat en LEO.

en el recuadro de la Figura 10.17b. El dispositivo conmuta entre LRS y HRS por al menos 40 ciclos. Después de cada transición (1+2 o 3+4), recorrida según el orden indicado en el gráfico, el estado de resistencia del dispositivo se mide aplicando $1 \mu\text{A}$. El dispositivo conmuta entre LRS y HRS durante los 40 ciclos.

De ambos experimentos, en órbita y en la Tierra, podemos calcular la relación entre los estados HR y LR. Como se puede ver en la Figura 10.18a, luego del primer ciclo en LEO, la relación HR/RL de las celdas disminuye rápidamente a ~ 1 después de 19 ciclos. Este comportamiento también fue observado en otro dispositivo en LEO (curva C) del mismo encapsulado. En contraste, el dispositivo medido en nuestro laboratorio tiende a ~ 1 con una tendencia más lenta.

En concreto, la degradación acelerada del cociente HR/LR conduce a un bajo rendimiento del dispositivo en comparación con lo observado en dispositivos similares en la Tierra. Cabe preguntarse entonces, qué causa esta degradación. Las condiciones circundantes de LEO no resultan lo suficientemente agresivas para dañar a los dispositivos en poco tiempo (19 ciclos ~ 30 d). Las variaciones de temperatura no poseen una gran amplitud, lo máximo observado entre días consecutivos ha sido $<10^\circ\text{C}$. La dosis acumulada ha resultado baja debido al blindaje efectivo de los subsistemas lindantes a LabOSat.

La causa del menor rendimiento en LEO puede estar relacionada a los tiempos involucrados en los experimentos. La diferencia entre los estímulos aplicados en Tierra y en LEO está en el tiempo entre ciclos Δt_{ciclos} . En el laboratorio, el ciclado podría decirse que es acelerado comparado con el realizado en LEO. Cuando caracterizamos los dispositivos en Tierra, $\Delta t_{\text{ciclos}} \sim 10$ s mientras que en el espacio $\Delta t_{\text{ciclos}} \sim 24$ h. Esto puede favorecer a la difusión de las vacancias de oxígeno concentradas en el filamento de TiO_{2-x} . Es decir, la distribución espacial de vacancias no está en equilibrio en los dispositivos de RS basados en el desplazamiento de OV por lo que es esperable que exista difusión.

Para calcular el tiempo que tardan en difundir las vacancias haremos un cálculo sencillo apoyándonos en la ley de Fick ya que esta difusión sucede

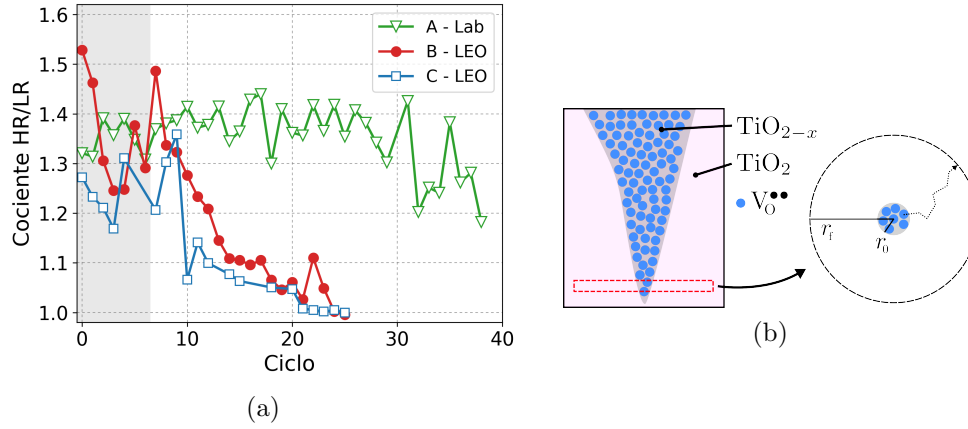


Figura 10.18: (a) Comparación de la relación de resistencia alta a baja de las celdas en LEO y en nuestro laboratorio. Los dispositivos en LEO tienden a ~ 1 después de unos pocos ciclos con una tendencia rápida, mientras que los dispositivos medidos en Tierra tienden a ~ 1 con una tendencia más lenta. La región sombreada indica los cocientes medidos antes del lanzamiento. A: dispositivo de Figura 10.17b, B: dispositivo de Figura 10.17a y C: dispositivo similar a B del mismo encapsulado. (b) Dinámica propuesta de difusión de Fick de vacancias de oxígeno. Disolución del filamento que conduce a la degradación del LRS.

durante el periodo de 24 h mientras LabOSat se encuentra sin alimentación. Supondremos que para que el estado de baja resistencia se degrade basta con que el punto más frágil del filamento de vacancias se disuelva. En la Figura 10.17c ilustramos esta idea. Una vez que las vacancias de la región más delgada hayan migrado, quedará una nueva región más angosta que será proclive a la difusión. Para simplificar el problema supondremos que únicamente tendremos difusión en el plano paralelo a los electrodos del dispositivo. Si consideramos que el radio inicial del filamento de OV es $r_0 \sim 1$ nm en la interfaz del BE, diremos que las vacancias migrarán un orden de magnitud, hasta los $r_f \sim 10$ nm para lograr disolver el filamento en esa región. De esta forma, $r_0 \ll r_f$ por lo que la ley de Fick en dos dimensiones nos dice que:

$$L_{x,y} = 4\sqrt{D_{x,y}^{\text{OV}}t} \quad (10.1)$$

donde L es la longitud de difusión recorrida por las vacancias, D^{OV} el coeficiente de difusión de las vacancias y t el tiempo. Asumiendo isotropía y

pasando a polares, tenemos:

$$r = 8\sqrt{D^{\text{OV}}t} \quad (10.2)$$

Jeong *et al.* reporta un coeficiente de difusión para las OV de $D^{\text{OV}} \sim 6.4 \cdot 10^{-18} \text{ cm}^2/\text{s}$ a temperatura ambiente [166]. En LEO las temperaturas promedio se encuentran alrededor de 273 K (Figura 10.12) por lo que debemos realizar una pequeña corrección. El coeficiente tiene una dependencia con la temperatura que sigue una ley de Arrhenius [167]:

$$D^{\text{OV}}(T_0) = c \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H_m}{RT_0}\right) \quad (10.3)$$

$$\frac{D^{\text{OV}}(T_1)}{D^{\text{OV}}(T_0)} = \exp\left[-\frac{\Delta H_m}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T_1}\right)\right] \quad (10.4)$$

donde c es una constante que depende de la mínima distancia atómica que se desplaza la vacancia, la cantidad de primeros vecinos y la frecuencia de vibración. ΔH_m es la energía de activación para que se produzca la migración. Tomando a $\Delta H_m \sim 0.9 \text{ eV}$ como en la Sección 6.3.1 [110, 6] y usando la temperatura medida por LabOSat en LEO, obtenemos un coeficiente de difusión $D^{\text{OV}}(273 \text{ K}) = 2.5 \cdot 10^{-19} \text{ cm}^2/\text{s}$. Introduciendo este valor en la Ecuación 10.2 y despejando t para $r_f = 10 \text{ nm}$, obtenemos un tiempo de difusión de $5.8 \cdot 10^4 \text{ s}$, es decir, $\sim 16 \text{ h}$. En conclusión, cuando volvamos a realizar la curva I - V partiremos de un estado LR de mayor resistencia por la disolución gradual del filamento. Esto implica que los parámetros de operación del dispositivo irán variando con el tiempo. La tensión para producir la transición HR $\rightarrow$ LR será cada vez mayor por lo que, a estímulo fijo, es esperable que ocurra una falla de SET tal como observa LabOSat.

Este efecto de disolución del filamento ha sido demostrado mediante simulaciones de Monte Carlo en HfO_x por Yu *et al.* en [168]. Además de este efecto, en su modelo incluyen la difusión de oxígeno de un reservorio ubicado en la interfaz con el TE que contribuye a la degradación del RS. En nuestro caso, ese reservorio podría ser el óxido de aluminio en la interfaz TiO_2/Al .

Al día de la fecha, LabOSat aún está recopilando información sobre dispositivos de RS en órbita. Ya no observamos conmutación pero sí podremos

analizar si cambia o no el mecanismo de conducción con el tiempo. Después de un año y medio en órbita algunos de los dispositivos de RS comenzaron a mostrar una impedancia extremadamente elevada cual circuito abierto. Como vimos previamente, la SMU de LabOSat no es capaz de aplicar potencia para forzar cargas tan altas. Después de registrar las curvas I - V por más de 30 ciclos, algunos dispositivos aumentaron su resistencia de manera impredecible hasta valores comparables a un circuito abierto. Esta conducta también la observamos en un dispositivo falso formado por un alambre de Au *wire-bonding* de $6\ \Omega$. No hemos podido determinar con exactitud que fue lo que sucedió. Nuestra hipótesis es que el ciclado térmico sumado a las condiciones de vacío fatigaron la triple interfaz epoxi/bola de Au/*pad* de soldadura debido a los diferentes coeficientes de expansión térmica, produciendo una falla en la conexión eléctrica.

10.4. Discusión

La experiencia con protones nos enseñó que nuestros dispositivos soportan fluencias mayores a las encontradas en misiones de 3 años en órbitas sol-sincrónicas de baja altitud. Debemos destacar la importancia de repetir el experimento con una mayor cantidad de muestras configuras en LRS. Por otro lado, también se irradiaron dispositivos en su estado prístino. Los resultados no han sido expuestos en este trabajo de Tesis debido a que no hemos podido extraer información relevante de los datos generados por LabOSat. Debido a la alta impedancia que presentan los dispositivos, el controlador no pudo registrar si hubo variaciones en la conducción de esos estados por ejemplo.

Los resultados obtenidos completan la bibliografía existente sobre irradiación con partículas cargadas. Es importante mencionar que, durante la irradiación con protones, si bien realizamos las mediciones *in situ* y dentro de la cámara de irradiación, nuestro experimento fue pasivo. Es decir, durante los intervalos de irradiación los dispositivos no fueron excitados. Esto favorece a la recombinación de los EHP haciendo que la densidad de carga atrapada en las trampas del óxido sea muy baja o nula. Por consiguiente, si deseamos observar los efectos que generan los protones durante la operación

del dispositivo debemos diseñar un experimento con bajo flujo para conseguir una evolución gradual y entender el comportamiento del dispositivo.

La mediciones de dosimetría en MeMOSat arrojaron una tasa de dosis de 5.04 Gy/yr. En cambio en LabOSat, las variaciones inducidas en el módulo de dosimetría por la tensión de batería del satélite ÑuSat-1 apantallaron la clara lectura de las mediciones. Aún así, a partir de un análisis estadístico sencillo, pudimos estimar que la tasa de dosis es ~ 5 Gy/yr comparable a la registrada por MeMOSat. Esta similitud se debe a que las órbitas y el blindaje de los satélites resultan equivalentes. De todas formas, si bien pudimos hacer una estimación de la dosis absorbida por LabOSat en LEO, debemos esperar a tener mayor cantidad de datos para poder apreciar la evolución de V_{GS} .

La solución para eliminar la dependencia de la tensión de batería del satélite fue advertida en el Capítulo pasado. La incorporación (necesaria) de un circuito que regule la tensión de alimentación está siendo implementada a las nuevas versiones del controlador. La principal desventaja de esta mejora para LabOSat es el aumento del consumo eléctrico como subsistema del satélite.

Otra discusión que podemos dar es sobre el método de medición. En las mediciones de dosimetría, el módulo realiza las lecturas TID polarizando el *gate* del transistor. Luego, durante el resto del tiempo que recibe radiación del entorno, el dosímetro se encuentra sin alimentación, con todos los terminales a tierra a través de una resistencia *pull-down*. En esta configuración, las sensibilidades de los dosímetros MOS resultan bajas respecto de configuraciones donde la polarización del *gate* es permanente [127]. Como propuesta para aumentar la sensibilidad de nuestro módulo frente a TID podemos implementar un pequeño módulo que mantenga polarizado a cada dosímetro.

Respecto de los dispositivos de RS en LEO, pudimos notar un bajo rendimiento en varias celdas. La cantidad de ciclos de conmutación resultó menor de lo esperado, al comparar con dispositivos similares caracterizados en Tierra. Observamos que los dispositivos en órbita presentaron una falla de SET asociada a una degradación del estado LR debido a la difusión de vacancias de oxígeno. El efecto fue evidenciado al estimular a la celda cada 24 h. Cabe destacar que nuestro resultado sugiere que los dispositivos poseen una ba-

ja retentividad. Para evaluar esto debemos realizar ensayos de temperatura similares a los realizados con la memoria flash del MCU en la Sección 9.2.

Este efecto puede ser mitigado de varias formas. Por un lado, se puede implementar un algoritmo que refresque el estado en caso de observar su degradación. Pensando en aplicaciones de memoria, esta implementación hace menos atractiva a la tecnología ReRAM presentada aquí. Por otro lado, desde un punto de vista de la fabricación es posible reducir el volumen de la celda de óxido a dimensiones del orden de las centenas del nm³ ($5 \times 5 \times 5$ nm³ por ejemplo) y colocar barreras de difusión de óxido de berilio o de nitruro de titanio silicio.

Por otro lado, detectamos que varios dispositivos fueron afectados por una falla común. Algunos DUTs manifestaron impedancias demasiado altas para ser alimentadas por LabOSat. La ruptura de la conexión eléctrica parece una suposición correcta al comprobar que los materiales de la triple interfaz poseen diferentes coeficientes de dilatación térmica. A pesar de haber ensayado los encapsulados para su aplicación en LEO, para poner a prueba esta hipótesis debemos llevar adelante más ensayos. Particularmente es necesario evaluar al encapsulado mediante un ciclado térmico prolongado en vacío. Dependiendo del resultado de la prueba, podremos determinar qué factor modificar del proceso de empaquetamiento.

Como comentario adicional, aquí presentamos los resultados de solo 1 de las 5 misiones enviadas a LEO con dispositivos de RS, ÑuSat-1. Lamentablemente, la misión a bordo de ÑuSat-2, creemos que fue afectada por un exceso de tensión durante la integración al satélite inhabilitando la comunicación con el MCU. La misión a bordo ÑuSat-3 (COSPAR ID: 2017-034C) se encuentra enviando información en forma diaria pero sus resultados no han sido incluidos en este trabajo de Tesis. Finalmente, el equipo está a la espera de los datos que arrojen los experimentos de RS y dosimetría de los nuevos satélites Ada y Maryam (ÑuSat-4 y 5) luego de su puesta en marcha. Estos dos satélites de 39 kg fueron lanzados desde Jiuquan, China en un cohete Longmarch 2D el 2 de febrero de 2018 (COSPAR ID: 2018-015D y 2018-015K, respectivamente). La diferencia con respecto a otras misiones es un aumento en la cantidad de dosímetros para tener mayor estadística en las

mediciones de TID y una mayor cantidad de dispositivos de RS configurados para pruebas de *endurance*.

Capítulo 11

Conclusiones parciales

En primer lugar, logramos desarrollar íntegramente, desde el diseño hasta la implementación, un controlador portátil, liviano, de tamaño reducido para operar en ambientes hostiles.

Para el desarrollo del controlador LabOSat fue fundamental la experiencia adquirida con MeMOSat. Los módulos electrónicos ensayados en las misión MeMOSat nos permitieron ganar confianza en el diseño y comprender las mejoras que debíamos implementar.

Conseguimos ensayar celdas ReRAM en LEO gracias al controlador LabOSat. Observamos cualitativamente que los dispositivos se comportan como lo hacen en los entornos controlados de laboratorio. Las condiciones de operación en LEO, temperatura y baja dosis ionizante anual, resultaron no afectar al desempeño del dispositivo. Por el contrario, identificamos que el bajo rendimiento (*endurance*) podría estar relacionado con el estímulo configurado en LabOSat.

Al igual que MeMOSat, la caracterización del controlador LabOSat y las misiones presentadas aquí nos permitirán seguir perfeccionando el diseño para futuras aplicaciones.

Junto con la bibliografía existente, nuestros resultados obtenidos en entornos con radiación ionizante sugieren que los dispositivos de RS basados en TiO_2 son excelentes candidatos para aplicaciones con presencia de radia-

ción ionizante. La implementación de estos dispositivos en medicina nuclear o la industria aeroespacial por ejemplo, dependen de la integración con la tecnología actual *radhard* CMOS.

En conclusión, en esta Parte de la Tesis alcanzamos los objetivos propuestos al comienzo del trabajo. Logramos caracterizar dispositivos de RS en entornos con radiación ionizante gracias al desarrollo de un controlador dedicado, LabOSat.

Conclusiones generales

En este trabajo de Tesis logramos nuclear los dos temas centrales propuestos: logramos caracterizar los dispositivos de RS basados en TiO_2 mejorando su proceso de fabricación. La caracterización se realizó tanto en entornos controlados de laboratorio como bancos de laboratorio o instalaciones con radiación ionizante así como también en órbitas de baja altitud. La caracterización en ambientes hostiles fue posible gracias al desarrollo de un controlador dedicado, LabOSat.

Partimos de un sistema de $\text{Au}/\text{TiO}_2/\text{Al}$ conocido por el grupo previamente y estudiamos la física del dispositivo comprendiendo los mecanismos de conducción involucrados. Investigamos los motivos de la variabilidad y determinamos su relación con los métodos de fabricación asociados a su construcción. Luego, estudiamos diferentes alternativas para mejorar el proceso completo de fabricación y conseguir un mayor rendimiento en la producción de muestras.

Con los nuevos dispositivos fabricados buscamos entender el impacto de algunos parámetros de fabricación sobre el comportamiento de los dispositivos. Particularmente, analizamos el impacto del área y la concentración de oxígeno en el electroformado, el mecanismo de conducción, la energía de activación y la capacidad del dispositivo. Al mismo tiempo, estudiamos su tolerancia a la radiación.

La necesidad de ensayar dispositivos de RS en ambientes con radiación ionizante motivó el diseño, desarrollo y caracterización del controlador dedicado. El espacio reducido, la limitación en el peso del instrumento y el requisito de realizar mediciones remotas condujo a la creación de MeMO-

Sat y su sucesor, LabOSat, la plataforma electrónica portátil compatible con tecnología satelital CubeSat y fabricada con componentes COTS. Demostramos que con LabOSat pudimos registrar el comportamiento histerético de los dispositivos fuera del laboratorio.

Para ensayar los componentes con LabOSat en ambientes agresivos fuera del laboratorio, establecimos un proceso de empaquetamiento que nos permitió colocar los dispositivos en el controlador. Diseñamos dos protocolos según el acabado del *pad* de la estructura del dispositivo. Los exitosos protocolos permitieron realizar las conexiones eléctricas entre las muestras y LabOSat pudiendo así medir su respuesta en distintos entornos con radiación: bajo un haz de protones, bajo un haz de neutrones y en órbitas de baja altitud a bordo de microsátélites.

Como conclusión principal podemos mencionar que hemos comprendido la física subyacente a los dispositivos de RS basados en TiO_2 , hemos superado los inconvenientes de fabricación presentados por los dispositivos y hemos desarrollado exitosamente un controlador para la caracterización de dispositivos de RS en ambientes hostiles. Dicho controlador presentó tolerancia a fluencias acumuladas elevadas y dosis totales altas, mayores a las encontradas en misiones de 3 yr en LEO con un blindaje de 10 mm de Al. Esta característica allana el camino para la caracterización de otros componentes de 2-t o 3-t en entornos con radiación ionizante.

Perspectivas

A lo largo de este trabajo de Tesis, hemos mencionado algunas de las problemáticas encontradas durante la caracterización tanto de las muestras como del controlador. A partir de las discusiones hemos ideado una serie de soluciones a estos problemas. Concretamente, en el caso de las muestras, el diseño de una máscara de cuarzo nueva de campo oscuro permitirá la fabricación de dispositivos con rendimiento de producción mayor que con campo claro. Además, la nueva máscara cuenta con un diseño que facilita la interconexión de dispositivos mediante la colocación de una barra metálica que reduce los pasos subsiguientes en el empaquetamiento de dispositivos en

encapsulados comerciales (menos cantidad de soldaduras).

Uno de los desafíos a corto plazo será la simulación de los mecanismos de conducción de los circuitos equivalente para corroborar los resultados presentados y las hipótesis sobre los mecanismos de conducción a altas tensiones.

En paralelo al trabajo de Tesis, en los últimos años el grupo ha enfocado sus esfuerzos en el diseño de circuitos integrados dedicados a controlar dispositivos de RS. Particularmente, se están estudiando diferentes diseños de selectores de dispositivos (diodos y transistores), circuitos de lectura del estado remanente basados en comparadores y fuentes de corriente y tensión integradas con limitación. Estos desarrollos apuntan a la integración de los dispositivos presentados en este trabajo (u otros).

Por otro lado, a partir de las discusiones hemos ideado una serie de soluciones a los problemas presentados por el controlador. Algunos de ellos implican una modificación o agregado al circuito actual de LabOSat. Repasando algunas tenemos, la regulación de tensión en dosimetría, estabilización en temperatura de la tensión de referencia, modificación del subsistema de medición de la SMU, implementación de una fuente de alta tensión y otra serie de modificaciones menores que tienden a mejorar el manejo de LabOSat como instrumento de banco de laboratorio (implementación de LEDs indicadores y conector de alimentación externa).

Otra de las mejoras ya fue implementada en las nuevas misiones en LEO: el aumento en la cantidad de dosímetros *on-board* y *off-board*. Esperamos que los resultados nos brinden información de la distribución de TID en puntos alejados de la zona blindada de LabOSat para evaluar la posibilidad de realizar experimentos con mayor dosis en esas posiciones.

Bibliografía

- [1] L. Chua. Memristor-The missing circuit element. *IEEE Transactions on Circuit Theory*, 18(5):507–519, September 1971.
- [2] Dmitri B. Strukov, Gregory S. Snider, Duncan R. Stewart, and R. Stanley Williams. The missing memristor found. *Nature*, 453(7191):80–83, May 2008.
- [3] Themistoklis Prodromakis, Christofer Toumazou, and Leon Chua. Two centuries of memristors. *Nature Materials*, 11:478–481, 2012.
- [4] G. S. Ohm. *Die galvanische Kette, mathematisch bearbeitet*. Kessinger, 1827.
- [5] Michael Faraday. V. experimental researches in electricity. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 122:125–162, 1832.
- [6] Rainer Waser, Regina Dittmann, Georgi Staikov, and Kristof Szot. Redox-Based Resistive Switching Memories – Nanoionic Mechanisms, Prospects and Challenges. *Adv. Mater.*, 21(25-26):2632–2663, July 2009.
- [7] Joshua J. Yang, Dmitri B. Strukov, and Duncan R. Stewart. Memristive devices for computing. *Nat Nano*, 8(1):13–24, January 2013.
- [8] Dirk J. Wouters, Yang-Yin Chen, Andrea Fantini, and Nagarajan Raghavan. *Reliability Aspects*, pages 597–622. Wiley-VCH Verlag GmbH Co. KGaA, 2016.
- [9] Rainer Waser, Daniele Ielmini, Hiro Akinaga, Hisashi Shima, H.-S. Philip Wong, Joshua J. Yang, and Simon Yu. *Introduction to Nanoionic Elements for Information Technology*, pages 1–30. Wiley-VCH Verlag GmbH Co. KGaA, 2016.
- [10] A. Kawahara, R. Azuma, Y. Ikeda, K. Kawai, Y. Katoh, K. Tanabe, T. Nakamura, Y. Sumimoto, N. Yamada, N. Nakai, S. Sakamoto, Y. Hayakawa, K. Tsuji, S. Yoneda, A. Himeno, K. Origasa, K. Shimakawa, T. Takagi, T. Mikawa, and K. Aono. An 8Mb multi-layered cross-point ReRAM macro with 443 MB/s write throughput. In *Solid-State Circuits Conference Digest of Technical Papers (ISSCC), 2012 IEEE International*, pages 432–434. IEEE, February 2012.
- [11] P. Stoliar, P. Levy, M. J. Sánchez, A. G. Leyva, C. A. Albornoz, F. Gomez-Marlasca, A. Zanini, C. Toro Salazar, N. Ghenzi, and M. J. Rozenberg. Non-volatile multilevel

- resistive switching memory cell: A transition metal oxide-based circuit, October 2013.
- [12] Akihito Sawa. Resistive switching in transition metal oxides. 11(6):28–36, 2008.
- [13] Jae Sung Lee, Shinbuhm Lee, and Tae Won Noh. Resistive switching phenomena: A review of statistical physics approaches. *Applied Physics Reviews*, 2(3):031303, 2015.
- [14] Néstor Ghenzi. *Caracterización eléctrica y modelado de memorias no volátiles basadas en óxidos*. PhD thesis, Universidad Nacional de San Martín, Marzo 2014.
- [15] Doo Seok Jeong, Herbert Schroeder, and Rainer Waser. Mechanism for bipolar switching in a Pt/TiO₂Pt resistive switching cell. *Phys. Rev. B*, 79:195317, May 2009.
- [16] ITRS. *International Technology Roadmap for Semiconductors 2015 Edition*, <http://www.itrs2.net/itrs-reports.html>, 2015.
- [17] Cheng-Lin Tsai, Feng Xiong, Eric Pop, and Moonsub Shim. Resistive Random Access Memory Enabled by Carbon Nanotube Crossbar Electrodes. *ACS Nano*, 7(6):5360–5366, 2013.
- [18] R. Berdan, A. Serb, A. Khat, A. Regoutz, C. Papavassiliou, and T. Prodromakis. A μ -Controller-Based System for Interfacing Selectorless RRAM Crossbar Arrays. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 62(7):2190–2196, July 2015.
- [19] J. Rofeh, A. Sodhi, M. Payvand, M. A. Lastras-Montaña, A. Ghofrani, A. Madhavan, S. Yemenicioglu, K. T. Cheng, and L. Theogarajan. Vertical integration of memristors onto foundry cmos dies using wafer-scale integration. In *2015 IEEE 65th Electronic Components and Technology Conference (ECTC)*, pages 957–962, May 2015.
- [20] M. Payvand, A. Madhavan, M. A. Lastras-Montaña, A. Ghofrani, J. Rofeh, K. T. Cheng, D. Strukov, and L. Theogarajan. A configurable cmos memory platform for 3d-integrated memristors. In *2015 IEEE International Symposium on Circuits and Systems (ISCAS)*, pages 1378–1381, May 2015.
- [21] Panasonic. *Datasheet MN101LR05D/04D/03D/02D (21705-019E)*. Panasonic, October 2014.
- [22] D. Chen, H. Kim, A. Phan, E. Wilcox, K. LaBel, S. Buchner, A. Khachatrian, and N. Roche. Single-Event Effect Performance of a Commercial Embedded ReRAM. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 61(6):3088–3094, Dec 2014.
- [23] J. Yang-Scharlotta, M. Fazio, M. Amrbar, M. White, and D. Sheldon. Reliability characterization of a commercial TaO_x-based ReRAM. In *2014 IEEE International Integrated Reliability Workshop Final Report (IIRW)*, pages 131–134, Oct 2014.

-
- [24] Sung H. Jo, Ting Chang, Idongesit Ebong, Bhavitavya B. Bhadviya, Pinaki Mazumder, and Wei Lu. Nanoscale Memristor Device as Synapse in Neuromorphic Systems. *Nano Lett.*, 10(4):1297–1301, March 2010.
- [25] Fabien Alibart, Elham Zamanidoost, and Dmitri B Strukov. Pattern classification by memristive crossbar circuits using ex situ and in situ training. *Nature communications*, 4:2072, 2013.
- [26] Fu-Chien Chiu. A review on conduction mechanisms in dielectric films. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014, 2014.
- [27] S.M. Sze and K.K. Ng. *Physics of Semiconductor Devices*. Wiley, 2006.
- [28] G.F. Knoll. *Radiation Detection and Measurement, Third Edition*. Wiley, 2000.
- [29] S. M. Seltzer, D. T. Bartlett, D. T. Burns, G. Dietze, H.-G. Menzel, H. G. Paretzke, and A. Wambersie. Fundamental quantities and units for ionizing radiation (revised). *Journal of the International Commission on Radiation Units and Measurements*, 11(1):NP, 2011.
- [30] T. R. Oldham and F. B. McLean. Total ionizing dose effects in MOS oxides and devices. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 50(3):483–499, June 2003.
- [31] Johnston Alan. *Reliability And Radiation Effects In Compound Semiconductors*. World Scientific Publishing Company, 2010.
- [32] H. Bethe. Zur Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie. *Annalen der Physik*, 397(3):325–400, 1930.
- [33] H. Bethe. Bremsformel für Elektronen relativistischer Geschwindigkeit. *Zeitschrift für Physik*, 76(5):293–299, May 1932.
- [34] M. J. Berger. ESTAR, PSTAR and ASTAR: Computer programs for calculating stopping powers and ranges for electrons, protons and helium ions. Technical Report 799, International Atomic Energy Agency (IAEA), 1995.
- [35] P. Paillet, J. R. Schwank, M. R. Shaneyfelt, V. Ferlet-Cavrois, R. L. Jones, O. Flarriet, and E. W. Blackmore. Comparison of charge yield in MOS devices for different radiation sources. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 49(6):2656–2661, Dec 2002.
- [36] J J Blostein, J Estrada, A Tartaglione, M Sofo Haro, G F Moroni, and G Cancelo. Development of a novel neutron detection technique by using a boron layer coating a Charge Coupled Device. *Journal of Instrumentation*, 10(01):P01006–P01006, 2015.
- [37] D.R. Lide. *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 84th Edition*. Taylor & Francis, 2003.
- [38] V.L. Pisacane. *Fundamentals of Space Systems*. Applied Physics Laboratory series in science and engineering. Oxford University Press, 2005.

- [39] E. R. Benton, E. V. Benton, and A. L. Frank. Neutron dosimetry in low-earth orbit using passive detectors. *Radiation Measurements*, 33(3):255–263, 2001.
- [40] E. Grossman and I. Gouzman. Space environment effects on polymers in Low Earth Orbit. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 208:48 – 57, 2003.
- [41] Sami Franssila. *Introduction to Microfabrication*. John Wiley & Sons, Ltd, Chichester, UK, sep 2010.
- [42] T. J. Rinke and C. Koch. *Photolithography: Basics of Microstructuring*. MicroChemicals GmbH, 1 edition, 2017.
- [43] A. Lipson, S.G. Lipson, and H. Lipson. *Optical Physics*. Cambridge University Press, 2010.
- [44] M. Ohring. *The Materials Science of Thin Films*. Referex Engineering. Academic Press, 1992.
- [45] Peter Sigmund. Theory of Sputtering. I. Sputtering Yield of Amorphous and Polycrystalline Targets. *Phys. Rev.*, 184:383–416, Aug 1969.
- [46] J.L. Vossen and W. Kern. *Thin film processes*. Number v. 1 in Thin Film Processes. Academic Press, 1978.
- [47] K. Wasa, M. Kitabatake, and H. Adachi. *Thin film materials technology: sputtering of compound materials*. Materials Science and Process Technology Series. Electronic Materials and Process Technology. William Andrew Pub., 2004.
- [48] James D. Plummer, Michael Deal, and Peter D. Griffin. *Silicon VLSI Technology: Fundamentals, Practice, and Modeling*. Prentice Hall, 1 edition, July 2000.
- [49] K. R. Williams and R. S. Muller. Etch rates for micromachining processing. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 5(4):256–269, Dec 1996.
- [50] K. R. Williams, K. Gupta, and M. Wasilik. Etch rates for micromachining processing-Part II. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 12(6):761–778, Dec 2003.
- [51] M. Itano, F. W. Kern, M. Miyashita, and T. Ohmi. Particle removal from silicon wafer surface in wet cleaning process. *IEEE Transactions on Semiconductor Manufacturing*, 6(3):258–267, Aug 1993.
- [52] David J. Monk, David S. Soane, and Roger T. Howe. A review of the chemical reaction mechanism and kinetics for hydrofluoric acid etching of silicon dioxide for surface micromachining applications. *Thin Solid Films*, 232(1):1 – 12, 1993.
- [53] Harold R. Kaufman. Technology of ion beam sources used in sputtering. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 15, 3 1978.

- [54] Harman G. *Wire Bonding in Microelectronics*, volume 1. McGraw-Hill, 2010.
- [55] Preeti S. Chauhan, Anupam Choubey, ZhaoWei Zhong, and Michael G. Pecht. *Copper Wire Bonding*, pages 1–9. Springer New York, New York, NY, 2014.
- [56] J. Jellison. Kinetics of Thermocompression Bonding to Organic Contaminated Gold Surfaces. *IEEE Transactions on Parts, Hybrids, and Packaging*, 13(2):132–137, Jun 1977.
- [57] D. Palmer. Hybrid Microcircuitry for 300 °C Operation. *IEEE Transactions on Parts, Hybrids, and Packaging*, 13(3):252–257, Sep 1977.
- [58] Dieter K. Schroder. *Semiconductor Material and Device Characterization: Third Edition*. 2005.
- [59] W. Zhou and Z.L. Wang. *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*. Springer ebook collection / Chemistry and Materials Science 2005-2008. Springer New York, 2007.
- [60] S.J. Pennycook and D.E. Jesson. High-resolution Z-contrast imaging of crystals. *Ultramicroscopy*, 37(1):14 – 38, 1991.
- [61] Niels Jonge, Rachid Sougrat, Stephen J Pennycook, Diana Peckys, and Andrew R Lupini. *Three-Dimensional Aberration-Corrected Scanning Transmission Electron Microscopy for Biology*. 01 2007.
- [62] James Howe Brent Fultz. *Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials*. Springer, 2nd edition, 2005.
- [63] N. Yao. *Focused Ion Beam Systems: Basics and Applications*. Cambridge University Press, 2007.
- [64] E.S. Gadelmawla, M.M. Koura, T.M.A. Maksoud, I.M. Elewa, and H.H. Soliman. Roughness parameters. *Journal of Materials Processing Technology*, 123(1):133 – 145, 2002.
- [65] Y. B. Nian, J. Strozier, N. J. Wu, X. Chen, and A. Ignatiev. Evidence for an Oxygen Diffusion Model for the Electric Pulse Induced Resistance Change Effect in Transition-Metal Oxides. *Phys. Rev. Lett.*, 98:146403, Apr 2007.
- [66] Keithley. *Instruction Manual Rev. D. Model 590 CV Analyzer*. Keithley, February 1999.
- [67] S. Blonkowski, M. Regache, and A. Halimaoui. Investigation and modeling of the electrical properties of metal–oxide–metal structures formed from chemical vapor deposited Ta₂O₅ films. *Journal of Applied Physics*, 90(3):1501–1508, 2001.
- [68] Yiming Lou and Panagiotis D. Christofides. Estimation and control of surface roughness in thin film growth using kinetic Monte-Carlo models. *Chemical Engineering Science*, 58(14):3115 – 3129, 2003.

- [69] Gangshi Hu, Gerassimos Orkoulas, and Panagiotis D. Christofides. Regulation of film thickness, surface roughness and porosity in thin film growth using deposition rate. *Chemical Engineering Science*, 64(17):3903 – 3913, 2009.
- [70] V Vancoppenolle, P-Y Jouan, M Wautelet, Jean Pierre Dauchot, and M Hecq. Glow discharge mass spectrometry study of the deposition of TiO_2 thin films by direct current reactive magnetron sputtering of a Ti target. 17:3317–3321, 11 1999.
- [71] P. Löbl, M. Huppertz, and D. Mergel. Nucleation and growth in TiO_2 films prepared by sputtering and evaporation. *Thin Solid Films*, 251(1):72 – 79, 1994.
- [72] Influences of working pressure on properties for TiO_2 films deposited by DC pulse magnetron sputtering. *Journal of Environmental Sciences*, 21(6):741 – 744, 2009.
- [73] K. Reinhardt and W. Kern. *Handbook of Silicon Wafer Cleaning Technology*, 2nd Edition. Materials science and process technology series. Elsevier Science, 2008.
- [74] P Zeman and S Takabayashi. Effect of total and oxygen partial pressures on structure of photocatalytic TiO_2 films sputtered on unheated substrate. *Surface and Coatings Technology*, 153(1):93 – 99, 2002.
- [75] Li jian Meng, M. Andritschky, and M.P. dos Santos. The effect of substrate temperature on the properties of d.c. reactive magnetron sputtered titanium oxide films. *Thin Solid Films*, 223(2):242 – 247, 1993.
- [76] Damon Rafeian, Wojciech Ogieglo, Tom Savenije, and Rob G. H. Lammertink. Controlled formation of anatase and rutile TiO_2 thin films by reactive magnetron sputtering. *AIP Advances*, 5(9):097168, 2015.
- [77] M. H. Suhail, G. Mohan Rao, and S. Mohan. dc reactive magnetron sputtering of titanium structural and optical characterization of TiO_2 films. *Journal of Applied Physics*, 71(3):1421–1427, 1992.
- [78] T. Asanuma, T. Matsutani, C. Liu, T. Mihara, and M. Kiuchi. Structural and optical properties of titanium dioxide films deposited by reactive magnetron sputtering in pure oxygen plasma. *Journal of Applied Physics*, 95(11):6011–6016, 2004.
- [79] C. Nauenheim. *Integration of Resistive Switching Devices in Crossbar Structures*. PhD thesis, Forschungszentrums Jülich, 2010.
- [80] Néstor Ghenzi, María J. Sánchez, and Pablo Levy. A compact model for binary oxides-based memristive interfaces. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 46(41), October 2013.
- [81] B. Gao, S. Yu, N. Xu, L. F. Liu, B. Sun, X. Y. Liu, R. Q. Han, J. F. Kang, B. Yu, and Y. Y. Wang. Oxide-based RRAM switching mechanism: A new ion-transport-recombination model. In *2008 IEEE International Electron Devices Meeting*, pages 1–4, Dec 2008.

- [82] J Joshua Yang, Feng Miao, Matthew D Pickett, Douglas A A Ohlberg, Duncan R Stewart, Chun Ning Lau, and R Stanley Williams. The mechanism of electroforming of metal oxide memristive switches. *Nanotechnology*, 20(21):215201, 2009.
- [83] Jiun-Jia Huang, Chih-Wei Kuo, Wei-Chen Chang, and Tuo-Hung Hou. Transition of stable rectification to resistive-switching in Ti/TiO₂/Pt oxide diode. *Applied Physics Letters*, 96(26):262901, 2010.
- [84] Krzysztof Szot, Wolfgang Speier, Gustav Bihlmayer, and Rainer Waser. Switching the electrical resistance of individual dislocations in single-crystalline SrTiO₃. *Nature materials*, 5(4):312, 2006.
- [85] C. Acha. Graphical analysis of current-voltage characteristics in memristive interfaces. *Journal of Applied Physics*, 121(13):134502, 2017.
- [86] Ulrike Diebold. The surface science of titanium dioxide. *Surface Science Reports*, 48(5):53 – 229, 2003.
- [87] P. Knauth and H. L. Tuller. Electrical and defect thermodynamic properties of nanocrystalline titanium dioxide. *Journal of Applied Physics*, 85(2):897–902, 1999.
- [88] Robert G. Breckenridge and William R. Hosler. Electrical Properties of Titanium Dioxide Semiconductors. *Phys. Rev.*, 91:793–802, Aug 1953.
- [89] Ni Zhong, Hisashi Shima, and Hiro Akinaga. Rectifying characteristic of Pt/TiO_x/metal/Pt controlled by electronegativity. *Applied Physics Letters*, 96(4):042107, 2010.
- [90] N Szydlo and R Poirier. I-V and C-V characteristics of Au/TiO₂ Schottky diodes. *Journal of Applied Physics*, 51(6):3310–3312, 1980.
- [91] Eric W McFarland and Jing Tang. A photovoltaic device structure based on internal electron emission. *Nature*, 421(6923):616, 2003.
- [92] Joshua J. Yang, Matthew D. Pickett, Xuema Li, A. A. Ohlberg D., Duncan R. Stewart, and R. Stanley Williams. Memristive switching mechanism for metal/oxide/metal nanodevices. *Nat Nano*, 3(7):429–433, July 2008.
- [93] Sang Ho Jeon, Bae Ho Park, Jaichan Lee, Bora Lee, and Seungwu Han. First-principles modeling of resistance switching in perovskite oxide material. *Applied Physics Letters*, 89(4):042904, 2006.
- [94] Ivan Marri and Stefano Ossicini. Oxygen vacancy effects on the Schottky barrier height at the Au/TiO₂(110) interface: A first principle study. *Solid State Communications*, 147(5):205 – 207, 2008.
- [95] R. T. Tung. Electron transport at metal-semiconductor interfaces: General theory. *Phys. Rev. B*, 45:13509–13523, Jun 1992.

- [96] L. E. Yu, S. Kim, M. K. Ryu, S. Y. Choi, and Y. K. Choi. Structure Effects on Resistive Switching of Al/TiO_xAl Devices for RRAM Applications. *IEEE Electron Device Letters*, 29(4):331–333, April 2008.
- [97] Hu Young Jeong, Jeong Yong Lee, Min-Ki Ryu, and Sung-Yool Choi. Bipolar resistive switching in amorphous titanium oxide thin film. *physica status solidi (RRL) – Rapid Research Letters*, 4(1-2):28–30, 2010.
- [98] B. Chen, Y. Lu, B. Gao, Y. H. Fu, F. F. Zhang, P. Huang, Y. S. Chen, L. F. Liu, X. Y. Liu, J. F. Kang, Y. Y. Wang, Z. Fang, H. Y. Yu, X. Li, X. P. Wang, N. Singh, G. Q. Lo, and D. L. Kwong. Physical mechanisms of endurance degradation in TMO-RRAM. In *2011 International Electron Devices Meeting*, pages 12.3.1–12.3.4, Dec 2011.
- [99] J. Suñé, I. Placencia, N. Barniol, E. Farrés, F. Martín, and X. Aymerich. On the breakdown statistics of very thin SiO₂ films. *Thin Solid Films*, 185(2):347 – 362, 1990.
- [100] S B Lee, S H Chang, H K Yoo, and B S Kang. Stabilizing the forming process in unipolar resistance switching using an improved compliance current limiter. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 43(48):485103, 2010.
- [101] David R Evans and David M Leet. 3 % Ti-Tungsten Diffusion Barriers I. A Discussion of the Role of the A15 Structure. *Journal of the Electrochemical Society*, 141(7):1867–1871, 1994.
- [102] Sohei Okazaki, Takuya Ohhashi, Shoichiro Nakao, Yasushi Hirose, Taro Hitosugi, and Tetsuya Hasegawa. Wet Etching of Amorphous TiO₂ Thin Films Using H₃PO₄-H₂O₂ Aqueous Solution. *Japanese Journal of Applied Physics*, 52(9R):098002, 2013.
- [103] S. Kim and Y. K. Choi. A Comprehensive Study of the Resistive Switching Mechanism in Al/TiO_x/TiO₂Al-Structured RRAM. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 56(12):3049–3054, Dec 2009.
- [104] L.S. Dake and R.J. Lad. Electronic and chemical interactions at aluminum/TiO₂(110) interfaces. *Surface Science*, 289(3):297 – 306, 1993.
- [105] Deok-Hwang Kwon, Kyung Min Kim, Jae Hyuck Jang, Jong Myeong Jeon, Min Hwan Lee, Gun Hwan Kim, Xiang-Shu Li, Gyeong-Su Park, Bora Lee, Seungwu Han, et al. Atomic structure of conducting nanofilaments in TiO₂ resistive switching memory. *Nature nanotechnology*, 5(2):148, 2010.
- [106] N.W. Ashcroft and N.D. Mermin. *Solid State Physics*. HRW international editions. Holt, Rinehart and Winston, 1976.
- [107] Xiaobo Chen and Samuel S. Mao. Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications. *Chemical Reviews*, 107(7):2891–2959, 2007. PMID: 17590053.

- [108] Y. S. Chen, H. Y. Lee, P. S. Chen, P. Y. Gu, C. W. Chen, W. P. Lin, W. H. Liu, Y. Y. Hsu, S. S. Sheu, P. C. Chiang, W. S. Chen, F. T. Chen, C. H. Lien, and M. J. Tsai. Highly scalable hafnium oxide memory with improvements of resistive distribution and read disturb immunity. In *2009 IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM)*, pages 1–4, Dec 2009.
- [109] Takeshi Yanagida, Kazuki Nagashima, Keisuke Oka, Masaki Kanai, Annop Klamchuen, Bae Ho Park, and Tomoji Kawai. Scaling effect on unipolar and bipolar resistive switching of metal oxides. *Scientific reports*, 3:1657, 2013.
- [110] Marcel Schie, Astrid Marchewka, Thomas Müller, Roger A De Souza, and Rainer Waser. Molecular dynamics simulations of oxygen vacancy diffusion in strontio 3. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 24(48):485002, 2012.
- [111] E. Kinsbron, I.A. Blech, and Y. Komem. The threshold current density and incubation time to electromigration in gold films. *Thin Solid Films*, 46(2):139 – 150, 1977.
- [112] H Lomholt Skriver and NM Rosengaard. Surface energy and work function of elemental metals. *Physical Review B*, 46(11):7157, 1992.
- [113] Yongfeng Ju, Zhiming Wu, Shibin Li, Lin Li, and Yadong Jiang. Heat sensitive property of sputtered titanium oxide thin films for uncooled ir detector application. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 23(6):1188–1192, Jun 2012.
- [114] K Madhusudan Reddy, Sunkara V Manorama, and A Ramachandra Reddy. Bandgap studies on anatase titanium dioxide nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 78(1):239 – 245, 2003.
- [115] Aleksandra Wypych, Izabela Bobowska, Milena Tracz, Agnieszka Opasinska, Slawomir Kadlubowski, Alicja Krzywania-Kaliszewska, Jaroslaw Grobelny, and Piotr Wojciechowski. Dielectric properties and characterisation of titanium dioxide obtained by different chemistry methods. *Journal of nanomaterials*, 2014, 2014.
- [116] Manabu Takeuchi, Tetsuo Itoh, and Hideo Nagasaka. Dielectric properties of sputtered TiO₂ films. *Thin Solid Films*, 51(1):83–88, 1978.
- [117] Robertson, J. High dielectric constant oxides. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, 28(3):265–291, 2004.
- [118] D. Kannadassan, R. Karthik, Maryam Shojaei Baghini, and P.S. Mallick. Modeling the voltage nonlinearity of high-k mim capacitors. *Solid-State Electronics*, 91:112 – 117, 2014.
- [119] John Paul Strachan, J Joshua Yang, LA Montoro, CA Ospina, AJ Ramirez, ALD Kilcoyne, Gilberto Medeiros-Ribeiro, and R Stanley Williams. Characterization of electroforming-free titanium dioxide memristors. *Beilstein journal of nanotechnology*, 4:467, 2013.

- [120] Fu-Chien Chiu, Hong-Wen Chou, and Joseph Ya min Lee. Electrical conduction mechanisms of metal $\text{La}_2\text{O}_3\text{Si}$ structure. *Journal of Applied Physics*, 97(10):103503, 2005.
- [121] Satellogic - <http://www.satellogic.com>.
- [122] K. A. LaBel, M. M. Gates, A. K. Moran, P. W. Marshall, J. Barth, E. G. Stassinopoulos, C. M. Seidleck, and C. J. Dale. Commercial microelectronics technologies for applications in the satellite radiation environment. In *1996 IEEE Aerospace Applications Conference. Proceedings*, volume 1, pages 375–390 vol.1, Feb 1996.
- [123] C. I. Underwood and M. K. Oldfield. Observed radiation-induced degradation of commercial-off-the-shelf (cots) devices operating in low earth orbit. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 45(6):2737–2744, Dec 1998.
- [124] Doug Sinclair and Jonathan Dyer. Radiation effects and cots parts in smallsats. In *27th Annual AIAA/USU Conference on Small Satellites*, 2013.
- [125] S. M. Guertin, M. Amrbar, and S. Vartanian. Radiation Test Results for Common CubeSat Microcontrollers and Microprocessors. In *Radiation Effects Data Workshop (REDW), 2015 IEEE*, pages 1–9, July 2015.
- [126] E. Lenchak. *CRC Implementation With MSP430 (SLAA221)*. Texas Instruments, November 2004.
- [127] J. Lipovetzky, M. Rodríguez Cañete, G. Redin, A. Faigón, M. García Inza, S. Carbonetto, M. Echarri, F. Golmar, F. Gómez Marlasca, M. Barella, G. Sanca, and P. Levy. COTS MOS dosimetry on the MeMOSat Board, results after 2.5 years in orbit. In *Proceedings of the 1st Latin American Symposium of the International Academy of Astronautics on Small Satellites: Advanced Technologies and Segmented Architectures*, March 2017.
- [128] J. Lipovetzky, E. Gabriel Redin, and A. Faigón. Electrically Erasable Metal–Oxide–Semiconductor Dosimeters. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 54(4):1244–1250, Aug 2007.
- [129] J. Lipovetzky, M. A. García-Inza, S. Carbonetto, M. J. Carra, E. Redin, L. Sambuco Salomone, and A. Faigón. Field Oxide n-channel MOS Dosimeters Fabricated in CMOS Processes. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 60(6):4683–4691, Dec 2013.
- [130] M. García-Inza, S. Carbonetto, J. Lipovetzky, M. J. Carra, L. S. Salomone, E. G. Redin, and A. Faigón. Switched Bias Differential MOSFET Dosimeter. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 61(3):1407–1413, June 2014.
- [131] Texas Instruments. *Datasheet OPA734, OPA2734, OPA735, OPA2735 (SBOS282B)*. Texas Instruments, February 2005.

- [132] M. Barella, G. A. Sanca, F. Gomez Marlasca, G. Rodriguez, D. Martelliti, L. Abanto, P. Levy, and F. Golmar. Labosat: Low cost measurement platform designed for hazardous environments. In *2016 Seventh Argentine Conference on Embedded Systems (CASE)*, pages 1–6, Aug 2016.
- [133] Texas Instruments. *Datasheet MSP430F15x, MSP430F16x, MSP430F161x Mixed Signal Microcontroller (SLAS368G)*. Texas Instruments, March 2011.
- [134] Texas Instruments. *MSP430x1xx Family User's Guide (SLAU049F)*. Texas Instruments, 2006.
- [135] R.T. Howe and C.G. Sodini. *Microelectronics: An Integrated Approach*. Prentice Hall electronics and VLSI series. Prentice Hall, 1997.
- [136] K. Venkat and U. Haensel. *Understanding MSP430 Flash Data Retention (SLAA392)*. Texas Instruments, March 2008.
- [137] Y. Cai, Y. Luo, E. F. Haratsch, K. Mai, and O. Mutlu. Data retention in mlc nand flash memory: Characterization, optimization, and recovery. In *2015 IEEE 21st International Symposium on High Performance Computer Architecture (HPCA)*, pages 551–563, Feb 2015.
- [138] F. Jiménez-Molinos, A. Palma, F. Gámiz, J. Banqueri, and J. A. López-Villanueva. Physical model for trap-assisted inelastic tunneling in metal-oxide-semiconductor structures. *Journal of Applied Physics*, 90(7):3396–3404, 2001.
- [139] Zhang Bowen, Zhang Xiaoling, Xiong Wenwen, She Shuojie, and Xie Xuesong. The investigation of the zero temperature coefficient point of power MOSFET. *Journal of Semiconductors*, 37(6):064011, 2016.
- [140] R.S. Muller and T.I. Kamins. *Device Electronics for Integrated Circuits*. Wiley, 2002.
- [141] Reimar Spohr. *Irradiation technology*, pages 14–48. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 1990.
- [142] Julio Marín. Descripción de la nueva instalación de Neutrografía del RA-6. Technical report.
- [143] Aureliano Tartaglione, Jerónimo Blostein, Florencia Cantargi, Julio Marín, Alberto Baruj, Gabriel Meyer, Javier Santisteban, and Fernando Sánchez. Present and Future Activities on Neutron Imaging in Argentina. *Physics Procedia*, 69:124 – 129, 2015. Proceedings of the 10th World Conference on Neutron Radiography (WCNR-10) Grindelwald, Switzerland October 5–10, 2014.
- [144] Lucas Provenzano, Rubén O. Farías, Juan M. Longhino, Esteban F. Boggio, María S. Herrera, Natanael Moijsecsiuck, Carlos Fernández, Gustavo A. Santa Cruz, and Sara J. González. A prospective study to assess the performance of the improved

- Boron Neutron Capture Therapy Facility in Argentina. *Applied Radiation and Isotopes*, 88:171 – 176, 2014. 15th International Congress on Neutron Capture Therapy Impact of a new radiotherapy against cancer.
- [145] D. M. Fleetwood, P. S. Winokur, and T. L. Meisenheimer. Hardness assurance for low-dose space applications [MOS devices]. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 38(6):1552–1559, Dec 1991.
- [146] H. R. Blaumann, S. J. González, J. Longhino, G. A. Santa Cruz, O. A. Calzetta Larrieu, M. R. Bonomi, and B. M. C. Roth. Boron neutron capture therapy of skin melanomas at the RA-6 reactor: A procedural approach to beam set up and performance evaluation for upcoming clinical trials. *Medical Physics*, 31(1):70–80, 2004.
- [147] R. Baumann, T. Hossain, S. Murata, and H. Kitagawa. Boron compounds as a dominant source of alpha particles in semiconductor devices. In *Proceedings of 1995 IEEE International Reliability Physics Symposium*, pages 297–302, April 1995.
- [148] F. A. Bessia, M. Pérez, I. Sidelnik, M. S. Haro, J. J. Blostein, M. G. Berisso, J. Marín, and J. Lipovetzky. Cots cmos active pixel sensors damage after alpha, thermal neutron, and gamma irradiation. In *2016 Argentine Conference of Micro-Nanoelectronics, Technology and Applications (CAMTA)*, pages 22–26, Aug 2016.
- [149] N. Ghenzi, D. Rubi, E. Mangano, G. Gimenez, J. Lell, A. Zelcer, P. Stoliar, and P. Levy. Building memristive and radiation hardness TiO_2 -based junctions. *Thin Solid Films*, 550:683 – 688, 2014.
- [150] E. DeIonno, M. D. Looper, J. V. Osborn, H. J. Barnaby, and W. M. Tong. Radiation effects studies on thin film TiO_2 memristor devices. In *2013 IEEE Aerospace Conference*, pages 1–8, March 2013.
- [151] E. DeIonno, M. D. Looper, J. V. Osborn, and J. W. Palko. Displacement Damage in TiO_2 Memristor Devices. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 60(2):1379–1383, April 2013.
- [152] H. J. Barnaby, S. Malley, M. Land, S. Charnicki, A. Kathuria, B. Wilkens, E. DeIonno, and W. M. Tong. Impact of Alpha Particles on the Electrical Characteristics of TiO_2 Memristors. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 58(6):2838–2844, Dec 2011.
- [153] Kirti Agashe, Nisha Sarwade, Sangeeta Joshi, Madhavi Thakurdesai, Smita Surwase, Pravin Tirmali, and Kandasami Asokan. Effect of gamma irradiation on resistive switching of $\text{Al}/\text{TiO}_2/\text{n}^+\text{Si}$ ReRAM. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 403:38 – 44, 2017.
- [154] R. W. Johnson, M. Palmer, M. Bozack, and T. Isaacs-Smith. Thermosonic gold wire bonding to palladium finishes on laminate substrates. In *Proceedings. 1998*

- International Conference on Multichip Modules and High Density Packaging (Cat. No.98EX154)*, pages 291–299, Apr 1998.
- [155] L. F. Lew and A. N. L. Lau. Influence of copper contamination on contact quality between gold wire and nickel-palladium bond pad through x-ray photoelectron spectroscopy. In *2010 17th IEEE International Symposium on the Physical and Failure Analysis of Integrated Circuits*, pages 1–4, July 2010.
- [156] Soumyajit Nayak and Anand Karthik KVNB. *Synthesis of Al-Si Alloys and study of their Mechanical properties*. PhD thesis, 2011.
- [157] Pertti Auerkari. *Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics*. Julkaisija - Utgivare, 1996.
- [158] Tosoh Corporation. *Datasheet of Triethylenetetramine (TETA)*.
- [159] Keith M. Glassford and James R. Chelikowsky. Structural and electronic properties of titanium dioxide. *Phys. Rev. B*, 46:1284–1298, Jul 1992.
- [160] C. M. Yim, C. L. Pang, and G. Thornton. Oxygen Vacancy Origin of the Surface Band-Gap State of $\text{TiO}_2(110)$. *Phys. Rev. Lett.*, 104:036806, Jan 2010.
- [161] Andrew Holmes-Siedle. The space-charge dosimeter: General principles of a new method of radiation detection. *Nuclear Instruments and Methods*, 121(1):169 – 179, 1974.
- [162] L. Adams and A. Holmes-Siedle. The Development of an MOS Dosimetry Unit for Use in Space. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 25(6):1607–1612, Dec 1978.
- [163] SW Samwel, AA Hady, JS Mikhail, and Makram Ibrahim1and. Studying the total ionizing dose and displacement damage dose effects for various orbital trajectories. In *First Middle East-Africa Regional IAU Meeting*, pages 55–58, 2008.
- [164] A. G. Holmes-Siedle, J. O. Goldsten, R. H. Maurer, and P. N. Peplowski. Radfet dosimeters in the belt: the van allen probes on day 365. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 61(2):948–954, April 2014.
- [165] W. Suparta and S.K. Zulkeple. An Assessment of the Space Radiation Environment in a Near Equatorial Low Earth Orbit Based on Razaksat-1 Satellite. *ArXiv e-prints*, November 2015.
- [166] Doo Seok Jeong, Herbert Schroeder, Uwe Breuer, and Rainer Waser. Characteristic electroforming behavior in $\text{Pt/TiO}_2/\text{Pt}$ resistive switching cells depending on atmosphere. *Journal of Applied Physics*, 104(12):123716, 2008.
- [167] D.A. Porter and K.E. Easterling. *Phase Transformations in Metals and Alloys, Third Edition (Revised Reprint)*. Taylor & Francis, 1992.

-
- [168] Shimeng Yu, Yang Yin Chen, Ximeng Guan, H.-S. Philip Wong, and Jorge A. Kittl. A monte carlo study of the low resistance state retention of hfox based resistive switching memory. *Applied Physics Letters*, 100(4):043507, 2012.
- [169] N. Seriani, C. Pinilla, S. Cereda, A. De Vita, and S. Scandolo. Titania–silica interfaces. *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(20):11062–11067, 2012.
- [170] Aleksandar Staykov, Elias Paiva Ferreira-Neto, Jean Mina Ybarrena Santa Cruz, Sajjad Ullah, and Ubirajara Pereira Rodrigues-Filho. The stability of titania-silica interface. *International Journal of Quantum Chemistry*, pages e25495–n/a. e25495.
- [171] Fuei pien Chee, Haider Amir, Saafie Salleh, and Muhammad Azali. Effects of Total Ionizing Dose on Bipolar Junction Transistor. 7, 01 2010.
- [172] D. Heynderickx, B. Quaghebeur, J. Wera, E. J. Daly, and H. D. R. Evans. New radiation environment and effects models in the European Space Agency’s Space Environment Information System (SPENVIS). *Space Weather*, 2(10):n/a–n/a, 2004. S10S03.
- [173] S. L. Huston, G. A. Kuck, and K. A. Pfitzer. *Low Altitude Trapped Radiation Model Using TIROS/NOAA Data*, pages 119–122. American Geophysical Union, 2013.
- [174] William Dean Pesnell. Predictions of Solar Cycle 24: How are we doing? *Space Weather*, 14(1):10–21, 2016.
- [175] Stephen M. Seltzer. Updated Calculations for Routine Space-Shielding Radiation Dose Estimates: SHIELDOSE-2. Technical report, National Institute of Standards and Technology, January 1994.

Apéndice A

Comparación de tecnologías de memoria

Tabla A.1: Cuadro comparativo de tecnologías de memoria. Características de los dispositivos de memoria y almacenamiento demostrados al 2015. F : *pitch* o *Feature size*, tamaño de la menor dimensión en la que se puede definir el dispositivo mediante el proceso de fabricación de esa tecnología. Fuente: [16, 9].

	ReRAM		Flash	DRAM	MRAM	PCRAM	FeRAM
	Bipolar filamentaria	Bipolar de interface	NAND	<i>Stand-alone</i>			
Arquitectura	1T1R		1T1FG	1T1C	1T1MTJ	1T1PCR	1T1FeC
Pitch, F [nm]	5	40	16	36	65	45	180
Área de la celda [F^2]	4	4	4	6	20	4	22
Δt lectura	-	-	0.1 ms	<10 ns	35 ns	12 ns	40 ns
Δt escritura/borrado	<1 ns	10 ns	1/0.1 ms	<10 ns	35 ns	100 ns	65 ns
Retención	3000 h (150 °C)	1 m (85 °C)	10 y	64 ms	>10 y	>10 y	10 y
Ciclos de operación	10^{12}	10^{12}	10^5	$>10^6$	$>10^8$	10^9	10^{14}
Voltaje de lectura [V]	0.1 - 0.2	0.5	4.5	1.8	1.8	1.2	1.3 a 3.3
Voltaje de escritura [V]	1 - 3	< 3	15 - 20	2.5	1.8	3	1.3 a 3.3
Potencia de escritura [/bit]	115 fJ	<1 pJ	0.4 fJ	4 fJ	2.5 pJ	6 pJ	30 fJ

Apéndice B

Adhesión del film de TiO_2 sobre Au

El objetivo de este Apéndice es mostrar porqué sucede la estabilidad mecánica del dispositivo *cross-bar*.

En el proceso de fabricación del Capítulo 5 construimos los dispositivos *cross-bar* donde la interfaz del BE es Au/ TiO_2 . Sin embargo, tal como muestra la Figura B.1 la adhesión entre estos dos material es pobre. Asimismo, hemos realizado depósitos multicapa de Ti/Au/ TiO_2 /Al a oblea completa y los sometimos a un baño de acetona en un sonicador de ultrasonido durante 10 min observando la remoción completa de las capas superiores de TiO_2 y Al. Esto no es novedad ya que el Au debe depositarse con un *buffer* y por eso hemos empleado películas de Cr o Ti de bajo espesor al crecer el BE sobre el SiO_2 .

El proceso de fabricación del Capítulo 5 se vale de la buena adhesión que existe entre el SiO_2 y el TiO_2 . La unión entre estos dos compuestos se produce gracias al puente oxígeno Si-O-Ti de la interfaz y se hace más robusta si existe interdifusión entre las estructuras de ambos óxidos [169, 170]. De esta forma, se produce una estructura tipo puente entre ambos lados de la barra del BE que promueve la estabilidad mecánica del dispositivo. En la Figura B.1 se muestra lo robusta que es la estructura tipo puente al ser dañada manualmente con una pinza.

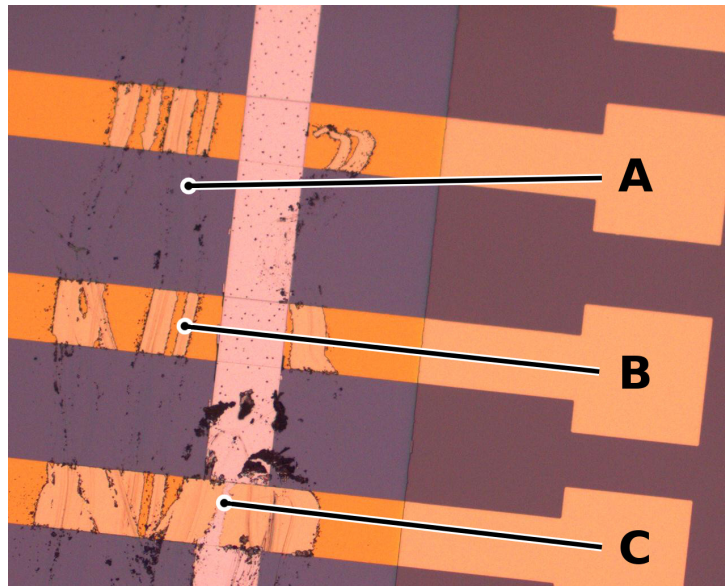


Figura B.1: A) Óxido de titanio sobre óxido de silicio, excelente adhesión, no se encuentra dañado. B) Óxido de titanio desprendido del oro, mala adhesión. C) Stack TiO_2/Al removido por mala adhesión y el exceso de fuerza desprendió también al oro dejando al cromo expuesto.

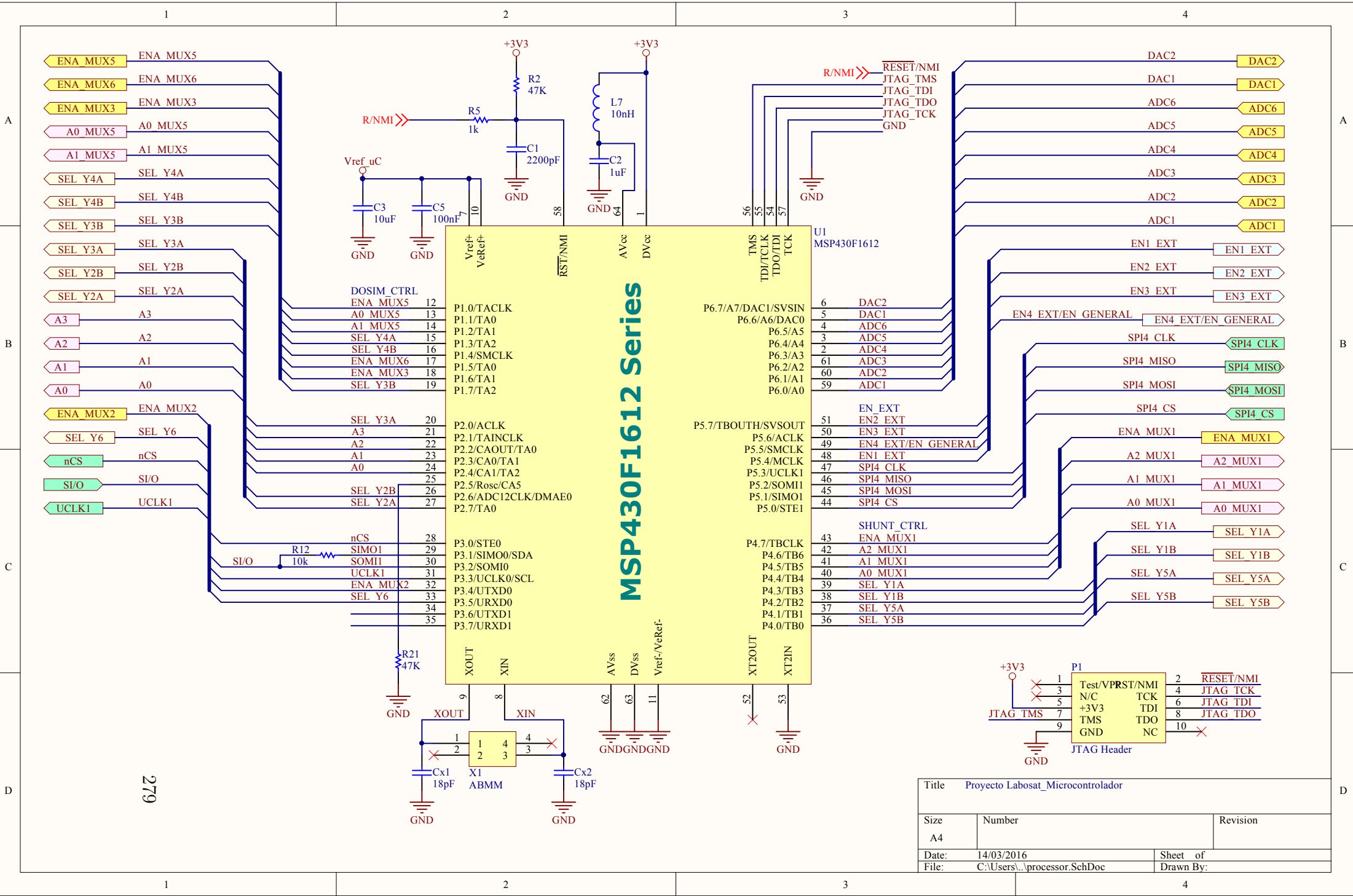
Apéndice C

Esquemático de LabOSat

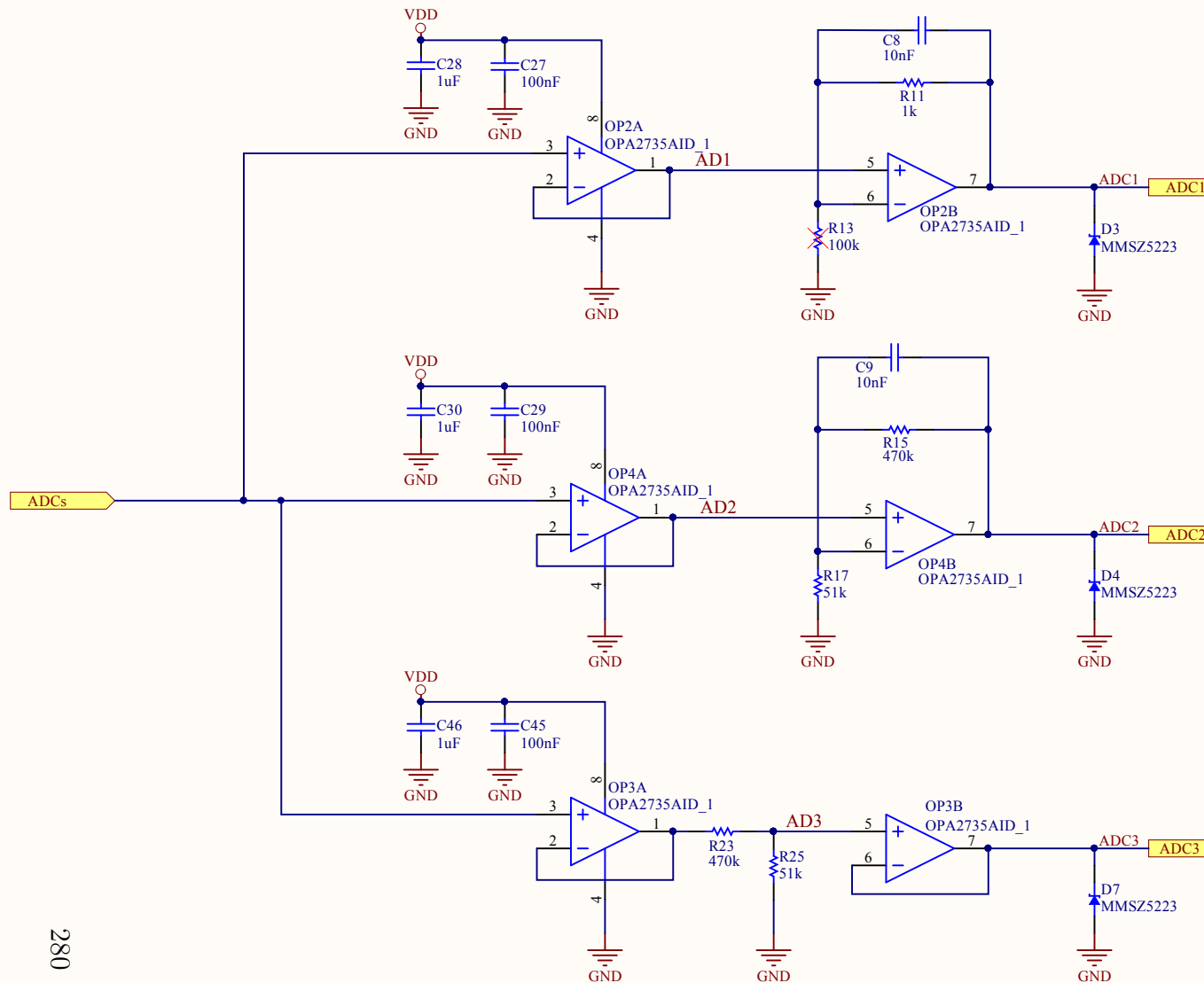
Las siguientes páginas contienen los esquemas de los circuitos de LabOSat.

LabOSat

Title Proyecto Labosat_Esquematico_General		
Size A3	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\Lab\LabOSat.SchDoc	Drawn By:	



Title Proyecto Labosat_Microcontrolador			
Size A4	Number		Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of		
File: C:\Users\...\processor.SchDoc	Drawn By:		



280

Title Proyecto Labosat_ADCs_(Mediciones)		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\ades.SchDoc	Drawn By:	

A

B

C

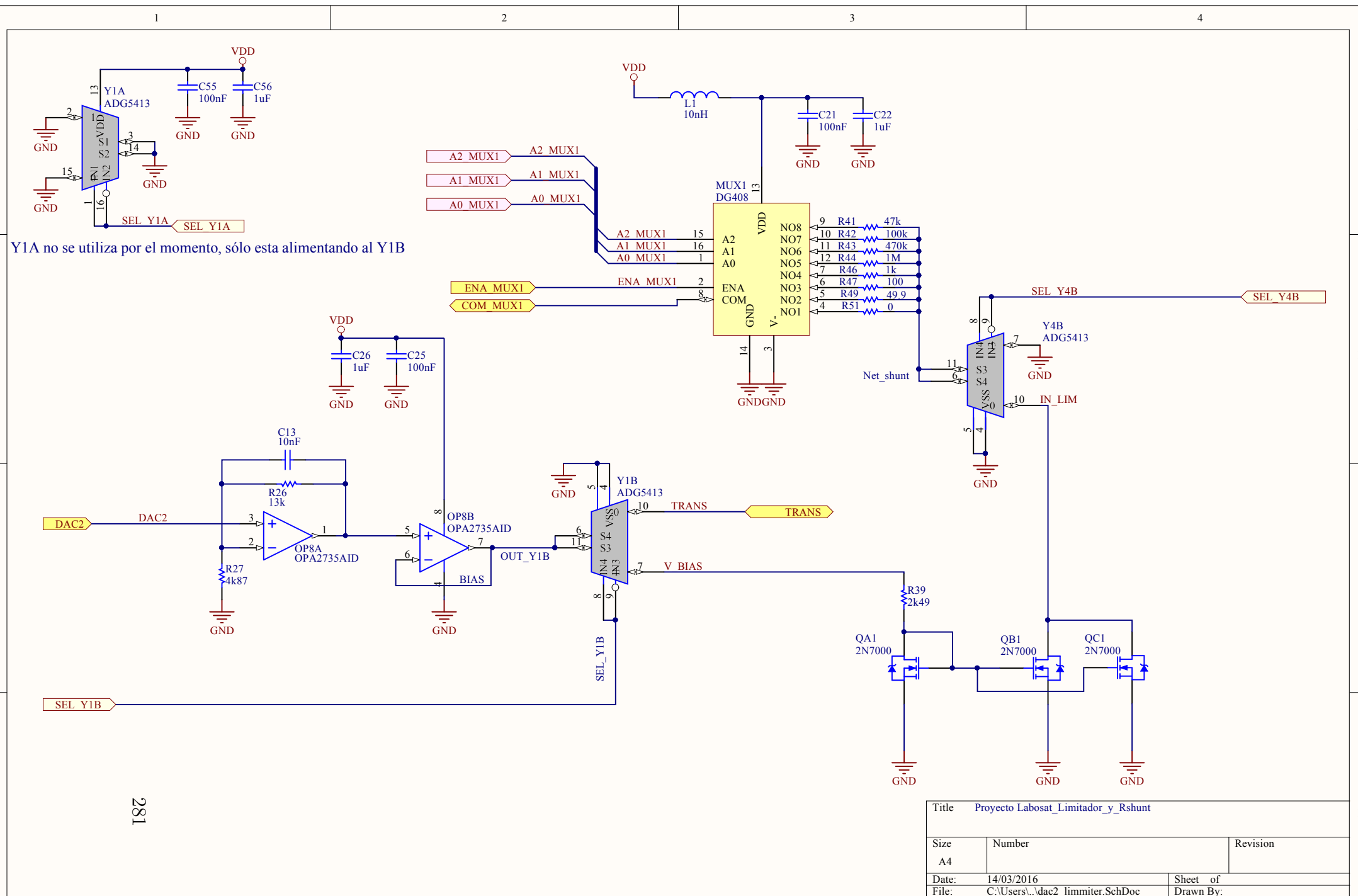
D

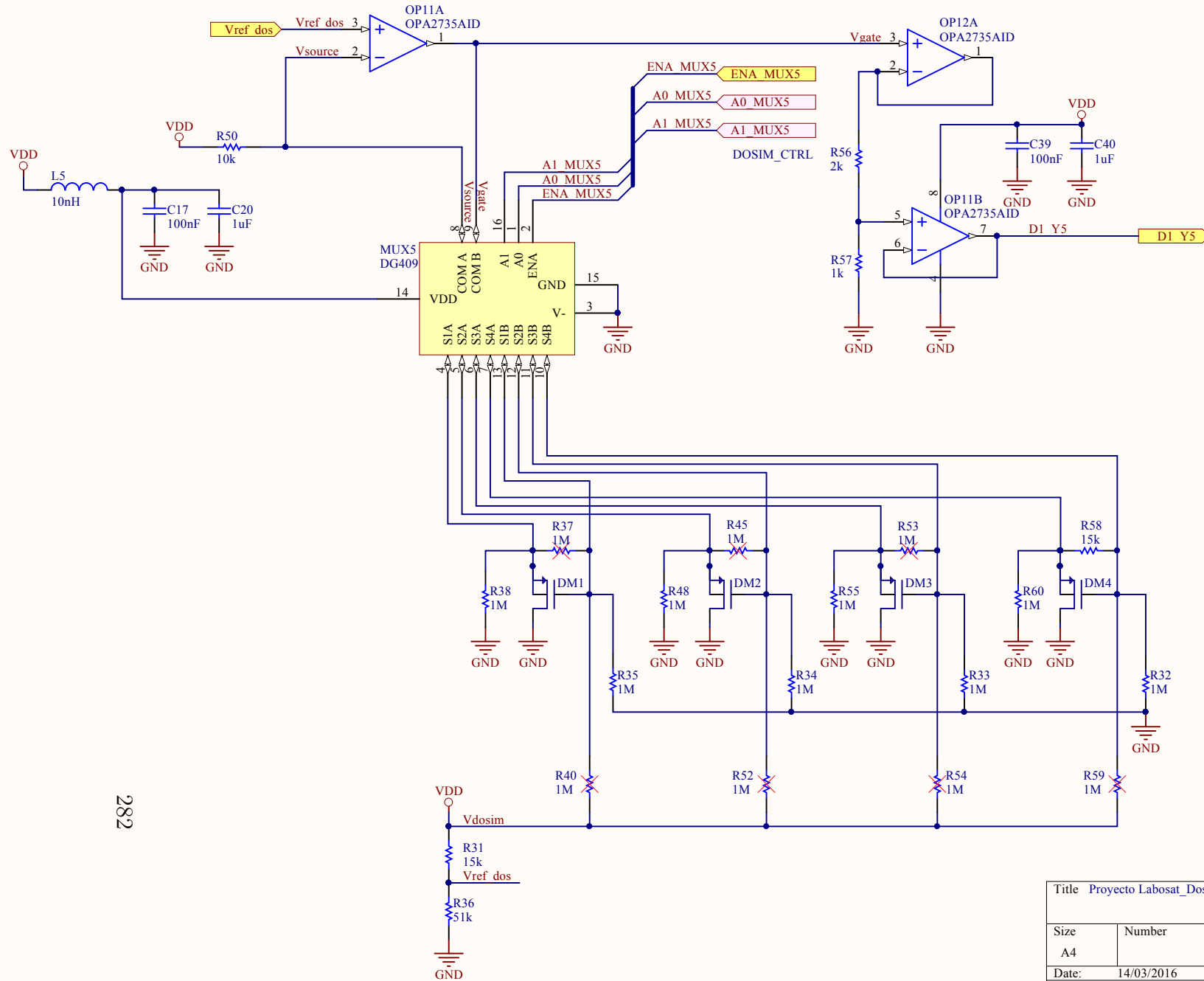
A

B

C

D





282

Title Proyecto Labosat_Dosimetros		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\dosim.SchDoc	Drawn By:	

A

B

C

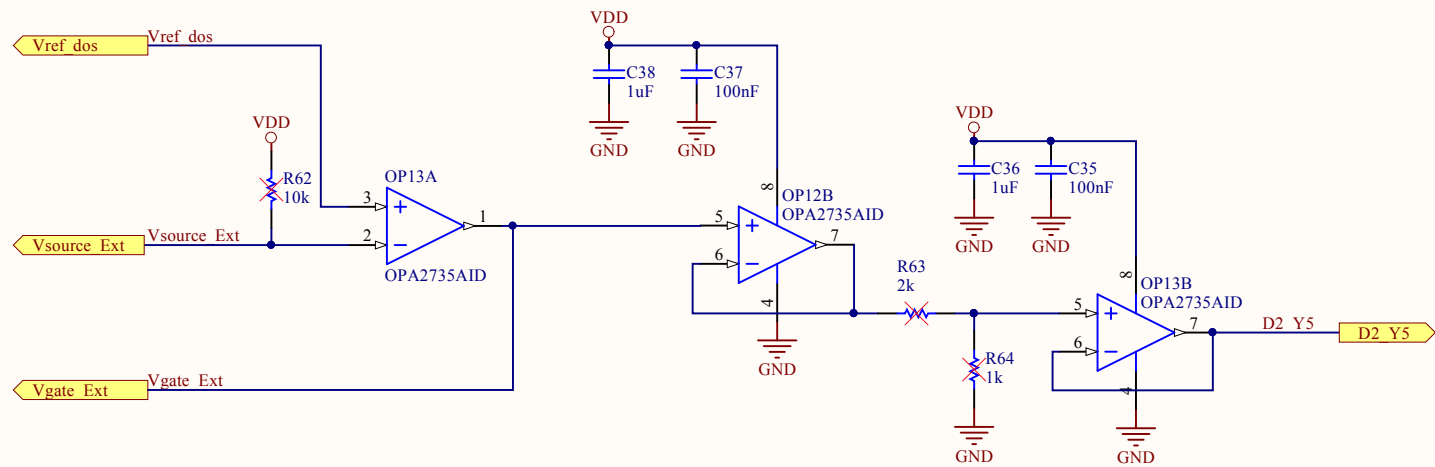
D

1

2

3

4



283

Title Proyecto Labosat_Dosim_Ext		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\dosim_ext.SchDoc	Drawn By:	

1

2

3

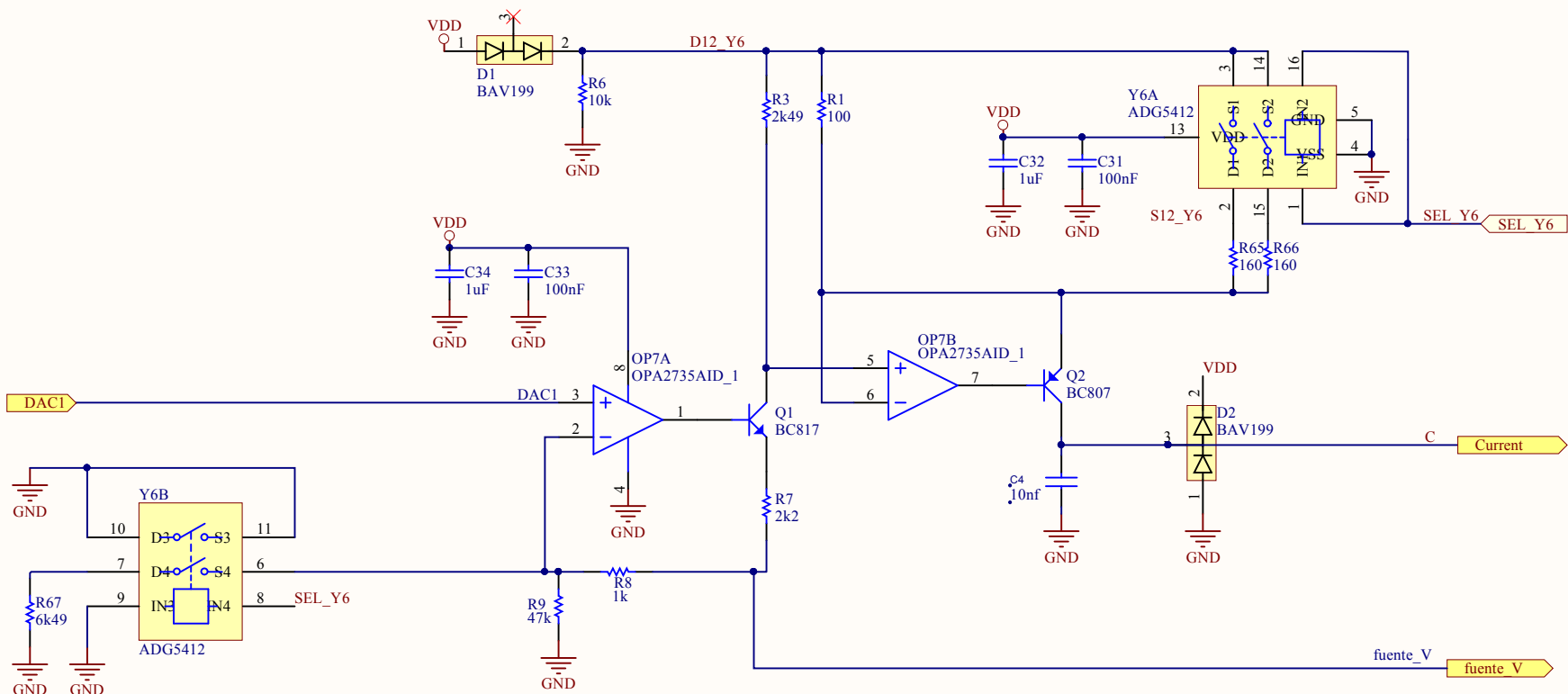
4

A

B

C

D



284

Title Proyecto Labosat_Fuente_de_corriente		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...source.SchDoc	Drawn By:	

1

2

3

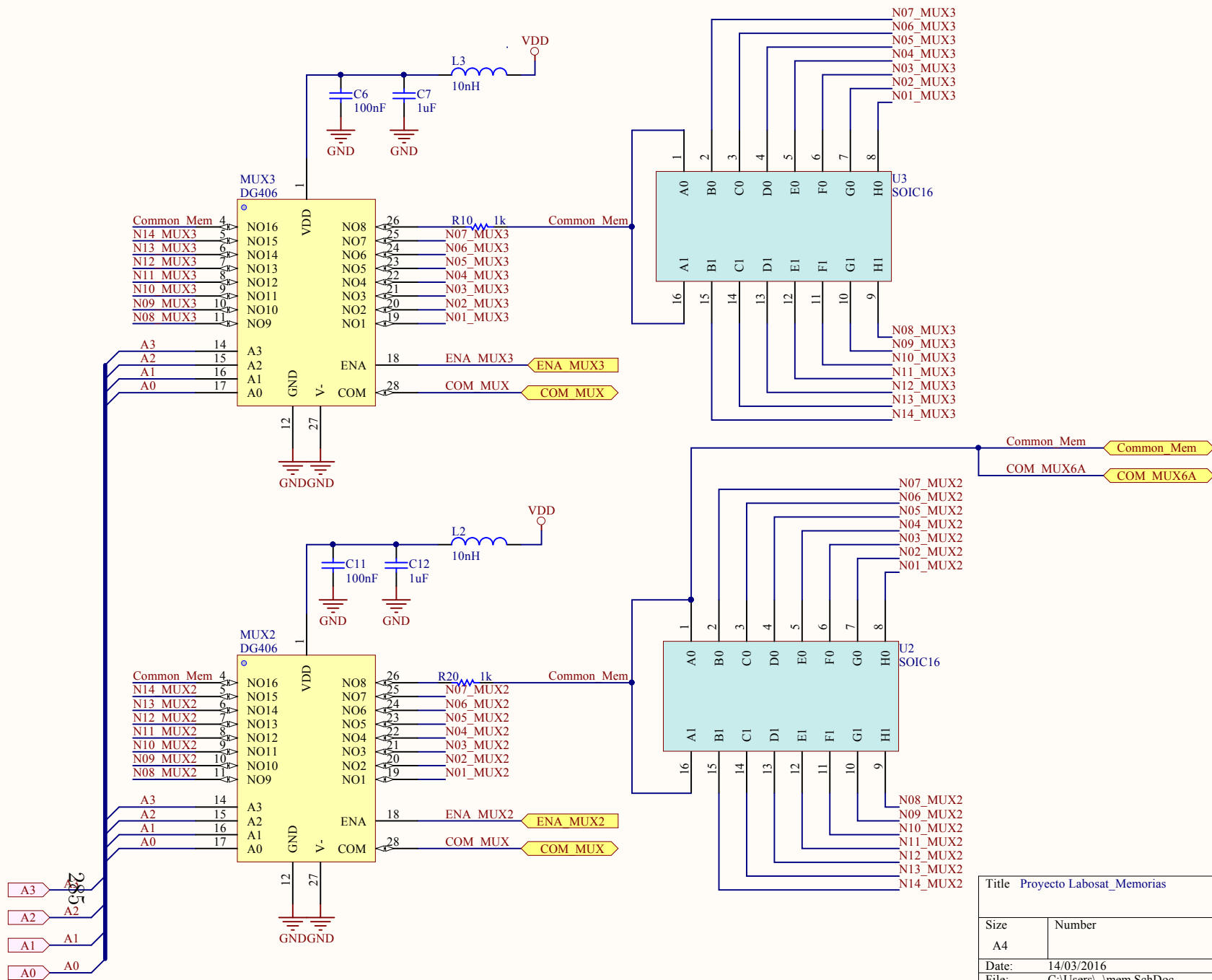
4

A

B

C

D



Title Proyecto Labosat_Memorias

Size	Number	Revision
A4		
Date:	14/03/2016	Sheet of
File:	C:\Users\...mem.SchDoc	Drawn By:

1

2

3

4

A

B

C

D

A

B

C

D

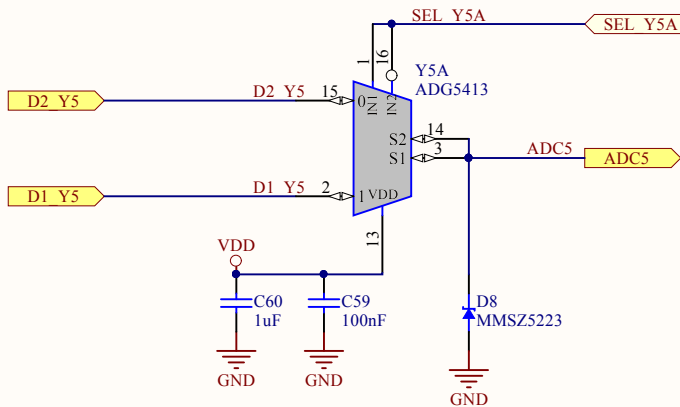
1

2

3

4

286



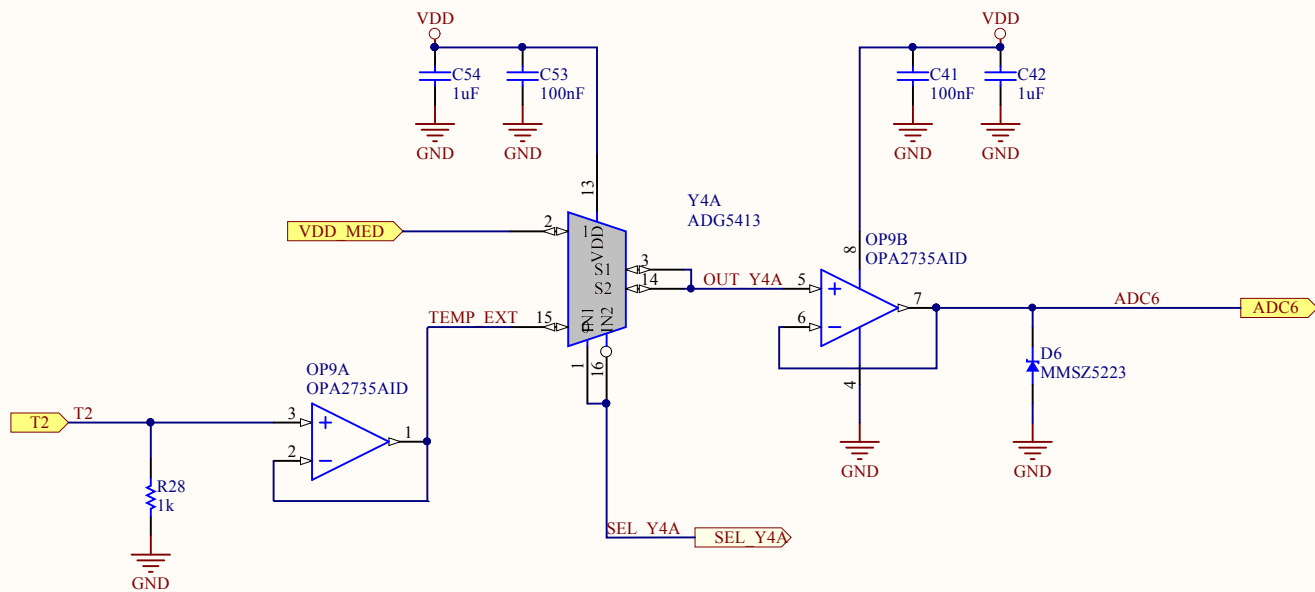
Title		Proyecto Labosat_Sel_Dosim	
Size	Number	Revision	
A4			
Date:	14/03/2016	Sheet	of
File:	C:\Users\...\Sel_Dosim.SchDoc	Drawn By:	

1

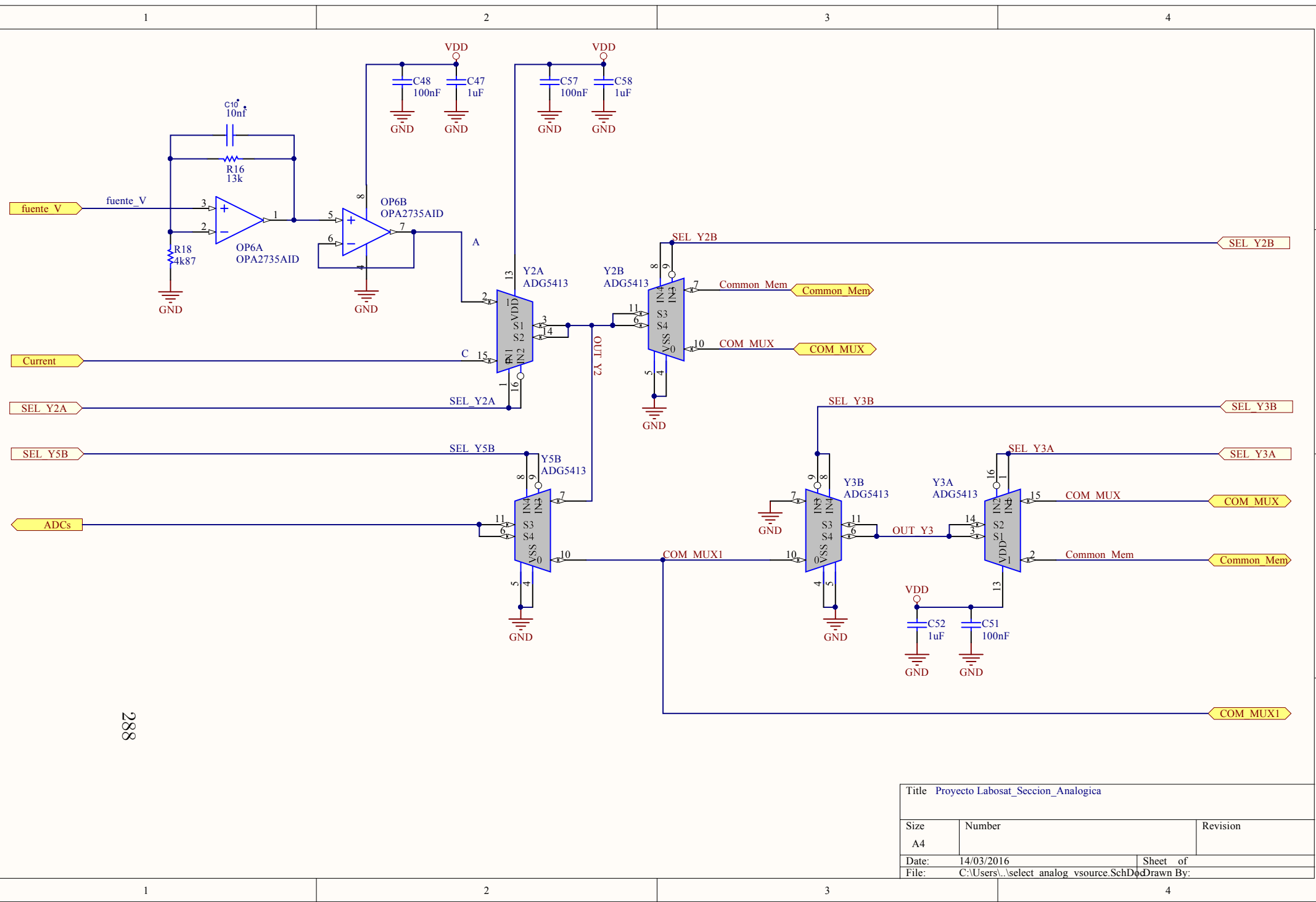
2

3

4

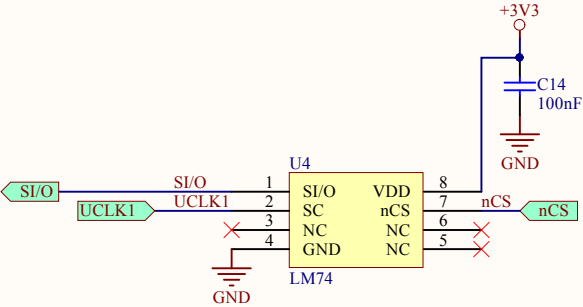


Title Proyecto Labosat_Sel_VddMed/TempExt		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\Sel_VddMed_TempExt.SchDoc	Drawn By:	



288

Title Proyecto Labosat_Seccion_Analogica		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...select_analog_vsource.SchDoc	Drawn By:	



Title Proyecto Labosat_Temperature		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\Temperature.SchDoc	Drawn By:	

A

B

C

D

A

B

C

D

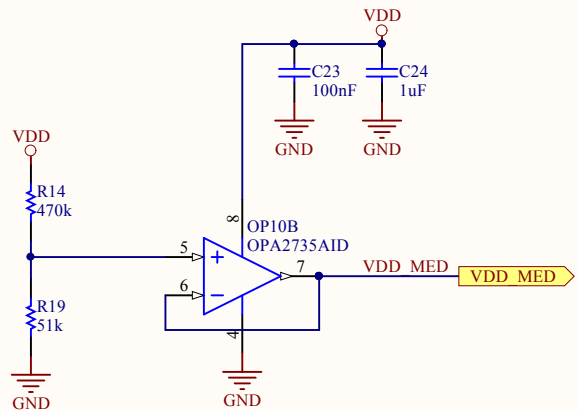
1

2

3

4

290



Title Proyecto Labosat_VddMed		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\VddMed.SchDoc	Drawn By:	

1

2

3

4

1

2

3

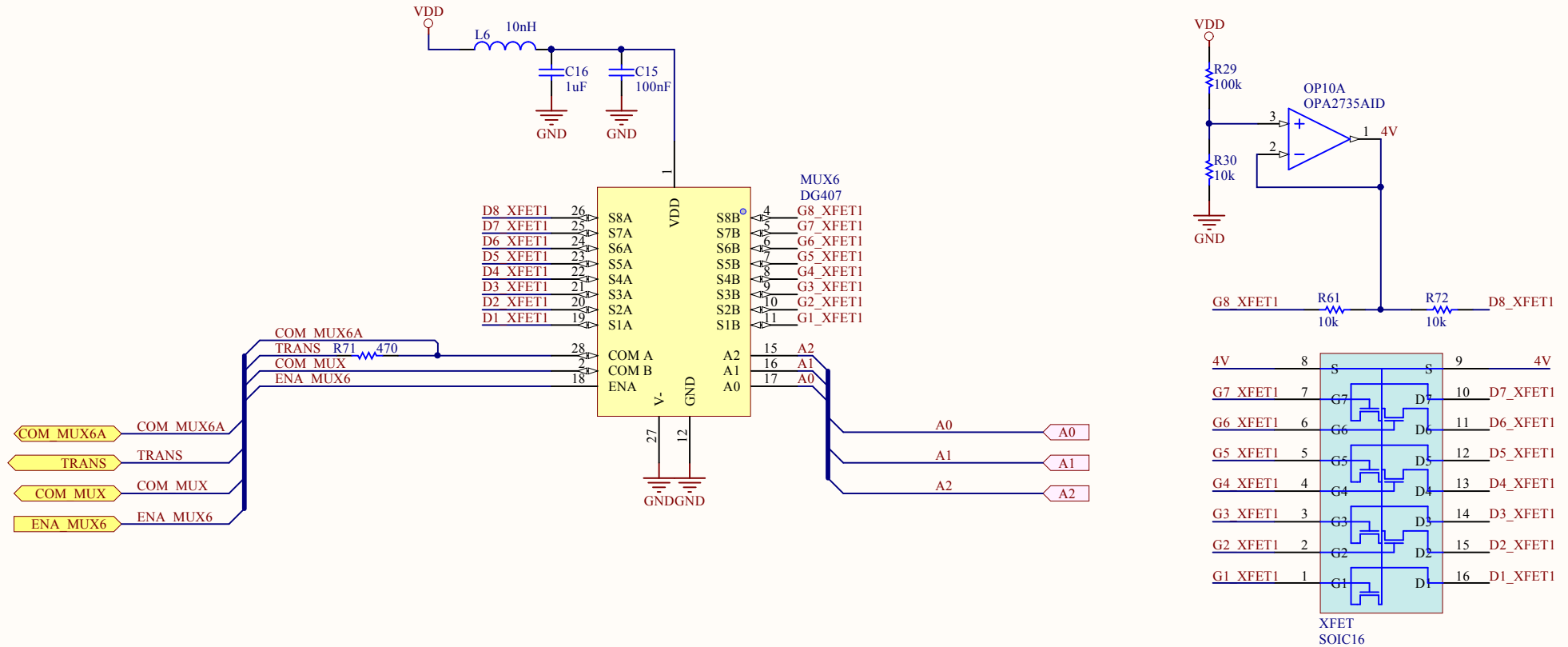
4

A

B

C

D



291

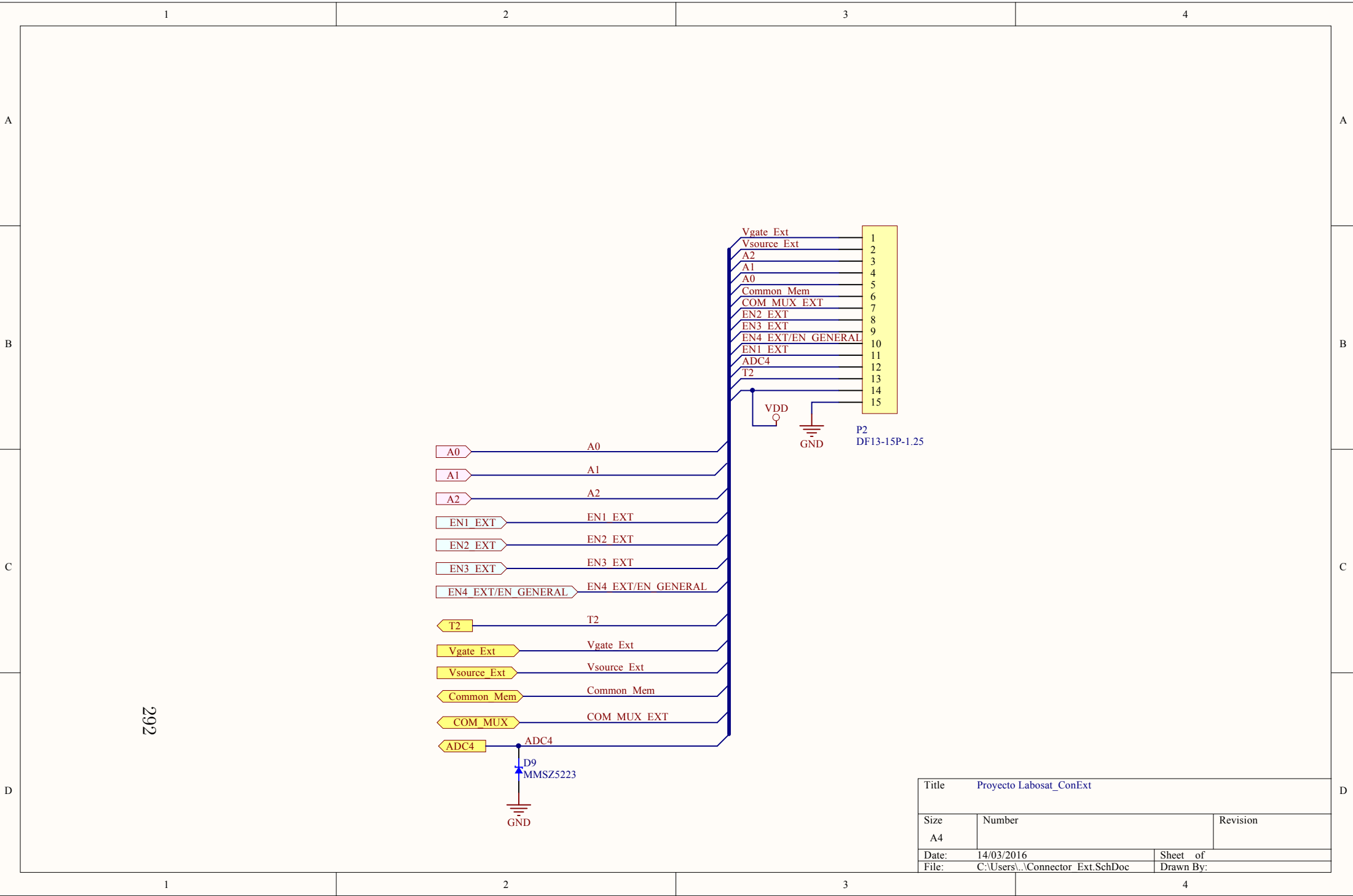
Title Proyecto Labosat Transistores Xfet		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\xfet.SchDoc	Drawn By:	

1

2

3

4



A

B

C

D

A

B

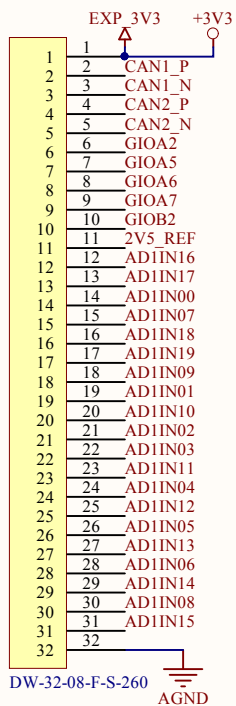
C

D

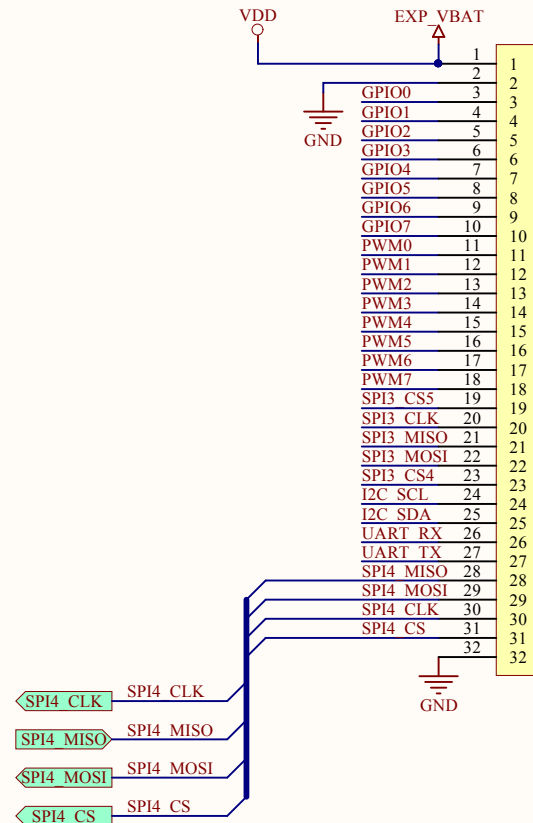
292

Title Proyecto Labosat_ConExt		
Size A4	Number	Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of	
File: C:\Users\...\Connector_Ext.SchDoc	Drawn By:	

H2
Header 1x32 pitch 2.54mm



H3
Header 1x32 pitch 2.54mm



Title Proyecto Labosat_Conectores			
Size A4	Number		Revision
Date: 14/03/2016	Sheet of		
File: C:\Users\...connectors.SchDoc	Drawn By:		

Apéndice D

Caracterización en temperatura de componentes COTS de LabOSat

La caracterización de los componentes COTS del módulo de medición la realizamos utilizando el equipo Keithley SCS-4200 y un base térmica Temptronics TP0315A dentro de una caja de faraday. Los componentes caracterizados fueron diodos zener MMSZ5223BT1G C3 fabricados por On Semiconductor y amplificadores operacionales OPA2735 de Texas Instruments. La topología del módulo se puede ver en la Figura 8.6c.

Como se mencionó, durante el satisfactorio ensayo **C** la respuesta de la SMU fue inesperada. Observamos que a partir de 75 °C precisamente el módulo de medición de la SMU comienza a reportar canales de ADC de saturados. Para mostrar el comportamiento graficamos tres mediciones sobre el mismo dispositivo de control a diferentes temperaturas. En la Figura D.1a podemos ver la tensión calcula en el nodo V_{meas} a partir de lo reportado por LabOSat. Las mediciones corresponden a excitar con la fuente de alta corriente a una resistencia de película gruesa de 1 k Ω (configuración experimental a la derecha del gráfico). Del gráfico, podemos apreciar la tensión aplicada sobre el dispositivo a ~ 44 °C (curva sólida azul). A esa temperatu-

ra la SMU funciona como es esperado¹. La deriva en tensión que se observa cerca de los 10 V se debe a la saturación del amplificador operacional. Luego, al aumentar la temperatura durante la medición, llegando a los 76 °C (curva rayada naranja), la SMU selecciona para reportar el canal del seguidor. El valor reportado de tensión indica que se encuentra casi saturado. Aproximadamente, entre 76 y 80 °C, la SMU selecciona para reportar el canal del seguidor y luego, más allá de 80 °C, reporta el canal del amplificador casi saturado (curva punteada verde).

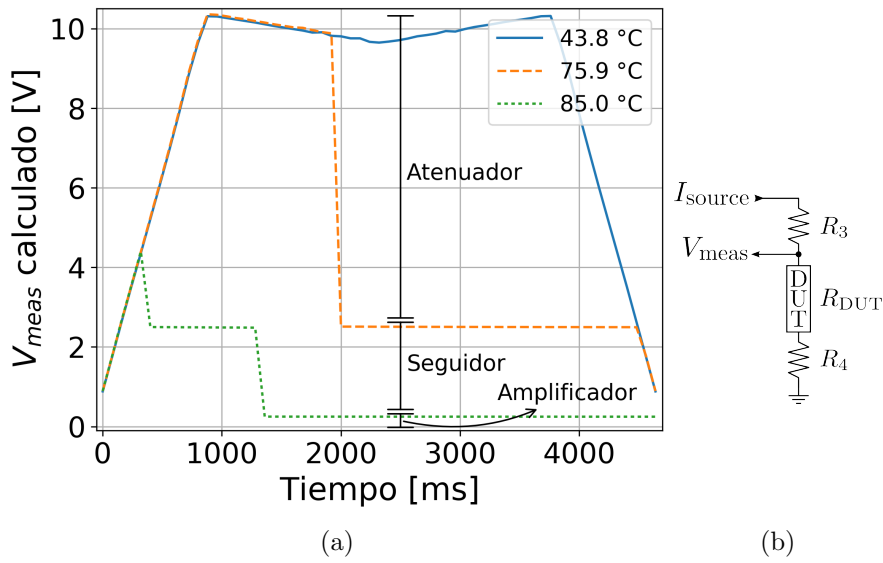


Figura D.1: (a) Voltaje calculado en el nodo V_{meas} a partir de las mediciones reportadas por LabOSat sobre el dispositivo de control. Se marcan los dominios en tensión de cada rama del módulo de medición. (b) Configuración de LabOSat durante la medición. $R_{\text{DUT}} = 1 \text{ k}\Omega$.

La explicación de este fenómeno radica en la conjunción del criterio de selección del canal de ADC elegido y el diseño del módulo de SMU. Como se mencionó previamente, la topología del módulo impone una limitación en el voltaje de entrada del ADC. Tomando de ejemplo la rama del seguidor del módulo de medición, cuando V_{meas} excede los la tensión de ruptura del diodo, el zener comienza a conducir con una resistencia dinámica extremadamente baja y fija la tensión en la entrada del ADC. En la Figura D.2a mostramos

¹Recordemos que el criterio es seleccionar la medición del canal de ADC de máxima amplificación no saturado.

la respuesta I - V variando la temperatura de los diodos que usa LabOSat. El gráfico se enfoca particularmente en la región de ruptura que es la de interés. Podemos observar que el voltaje de ruptura disminuye al aumentar la temperatura, como se espera que ocurra en junturas de Si pn debido al *tunneling* [27]. A partir de estas curvas, y teniendo en cuenta la limitación nominal en corriente del opamp a temperatura ambiente, trazamos V_Z vs. T a 20 mA (recuadro) que muestra un corrimiento de 210 mV. Es decir, al aumentar la temperatura, el diodo contribuye al corrimiento de la tensión en la entrada del ADC.

Luego, medimos una rama completa del módulo de medición tal como se muestra en el inset de la Figura D.2b. Usando la configuración del seguidor, forzamos en la entrada V_{in} tensiones de 0 a 12 V y medimos la corriente de salida a través del diodo zener. Como puede verse en la figura, la corriente de salida sigue la curva del diodo hasta que se alcanza la máxima corriente de salida del opamp. Luego, como el voltaje de entrada va más allá de V_Z a esa corriente, el propio calentamiento de la configuración baja el nivel de corriente lentamente a un valor estable.

Al examinar la respuesta en temperatura de la rama completa, se vislumbra el comportamiento extraño que presenta la SMU a temperaturas elevadas. La corriente máxima que el opamp puede entregar depende de su temperatura. A mayor temperatura, menor corriente, tal como indica la flecha blanca. Al mismo tiempo, como el zener se encuentra conduciendo en inversa, la corriente que circule a través de él determinará el voltaje en la entrada del ADC. Esto se grafica en la Figura D.2c. En otras palabras, el voltaje medido en la entrada ADC es igual al voltaje de salida del opamp, i.e. V_Z a la corriente máxima de opamp.

Al mismo tiempo, este efecto debemos sumarlo al corrimiento de V_{REF} . En la Figura D.2d mostramos estos dos efectos juntos. La tensión de salida del operacional sobre el zener es la tensión de entrada del ADC y como la tensión de referencia del ADC también depende de la temperatura, el efecto conjunto en algún rango acotado de temperatura puede verse enmascarado. Aún así, la tensión de referencia tiene una deriva menos intensa que el par zener-opamp.

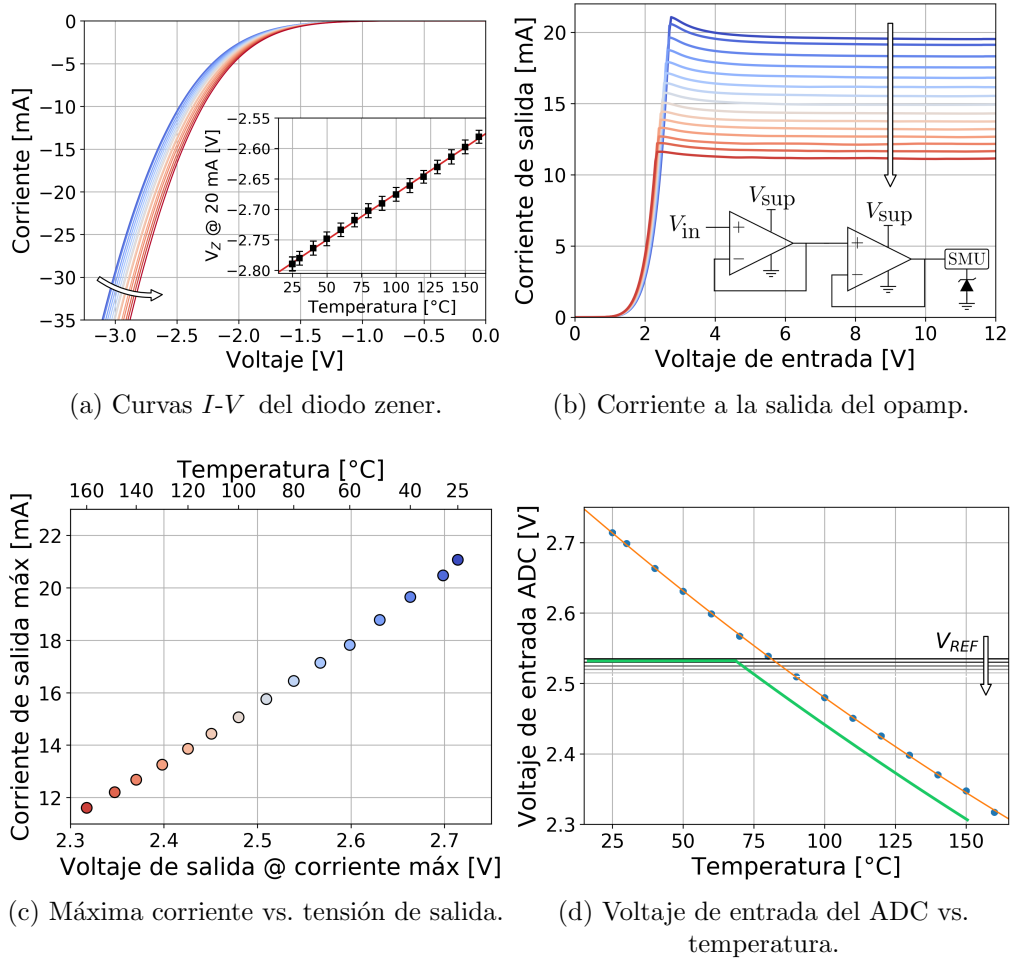


Figura D.2: Dependencia de la temperatura de curvas típicas de corriente/tensión para diferentes componentes. (a) Comportamiento del diodo zener para diferentes temperaturas. A temperaturas más altas (curvas rojizas) las tensiones de ruptura resultan más bajas en valor absoluto. Inset: ajuste lineal (línea roja) de $V_Z(20 \text{ mA})$ vs. temperatura. (b) Corriente de salida del opamp con el zener como carga. (c) Opamp: corriente de salida máxima en función de la tensión a la salida. La escala de temperatura, eje superior, no es lineal. (d) Voltaje de entrada del ADC (igual al voltaje de salida del opamp) en función de la temperatura.

Por último, queda comentar que existen varias opciones para mitigar este efecto. Por un lado, es posible aplicar un umbral fijo V_{sat} por software para las mediciones del ADC. Es decir, en vez de fijar la saturación del ADC en 4095 cuentas ($\equiv V_{REF}$), podemos configurar via firmware la saturación a 3500 cuentas por ejemplo ($\equiv 0.85V_{REF} \sim 2.1 \text{ V}$). El límite impuesto tendría

que contemplar el rango máximo de temperatura que se desea alcanzar. Esta opción sacrifica parte del rango dinámico para evitar la saturación y, por ende, ocasiona una pérdida de resolución. Otra alternativa es reemplazar el par zener-opamp por un conjunto que no se vea alterado por la temperatura. Particularmente, la variable crítica es la respuesta de la corriente de salida en función de la temperatura. La contraparte de esta alternativa es la pérdida de confianza sobre el nuevo conjunto ya que el OPA2735 ha sido ensayado, caracterizado y utilizado para y en misiones de baja órbita. Por último, la alternativa que hemos desarrollado y aplicado, es la imposición de un umbral dinámico a través del firmware. Diseñamos una función de lazo cerrado para determinar V_{sat} tomando como entrada la temperatura del sensor LM74 y empleamos el criterio de la Ecuación D.1. Para temperaturas menores a 65, el umbral es constante. A temperaturas más elevadas, el umbral es determinado por una función cuadrática que ajusta a la curva $V_{\text{salida}}(T)$ de la Figura D.2d. El criterio es representado por la curva verde de la misma figura.

$$V_{\text{sat}} = 4070 \quad T \leq T_0 \quad (\text{D.1})$$

$$V_{\text{sat}} = a_2 T^2 + a_1 T + a_0 \quad T > T_0 \quad (\text{D.2})$$

donde $T_0 = 65 \text{ }^\circ\text{C}$ y a_i son coeficientes que depende del ajuste ($a_2 = 0.00528$, $a_1 = -5.67$ y $a_0 = 4516$). Aunque los parámetros ajustados no son enteros, en la implementación de firmware fue necesario trabajar con un múltiplo de ellos para evitar el uso de bibliotecas de punto flotante. Particularmente, todos los coeficientes de la función cuadrática se cambiaron por un factor de 10^5 . Para obtener el umbral dinámico de saturación, el factor se usa nuevamente para dividir el resultado de la ecuación.

Apéndice E

Análisis y simulaciones del diseño de LabOSat

En este Apéndice desarrollamos un análisis sobre del diseño de LabOSat. A partir de simulaciones estudiamos la respuesta de la SMU y del módulo de selección de direccionamiento durante las pruebas de neutrones y protones. Las simulaciones se realizar en LTspice sobre los circuitos de la SMU y un modelo equivalente de carga según se controle corriente o tensión.

Fuentes de corriente y tensión de la SMU

El módulo de medición y fuentes de corriente y tensión constituyen la SMU de LabOSat. Entender cómo funciona cada módulo de la SMU es fundamental para comprender su respuesta en ambientes hostiles. En lo que sigue nos enfocamos únicamente en el funcionamiento de las fuentes. En la Figura E.1 presentamos el esquemático. El circuito de las fuentes de tensión y corriente se divide en tres etapas. La primera etapa, común a ambas fuentes, está asociada al amplificador operacional OP7A que controla la base del BJT Q1. La etapa que conforma a la fuente de tensión continúa con el opamp OP6A y OP6B que amplifican la señal que toman del lazo de realimentación. La etapa relacionada con OP7B que regula la base del BJT Q2 forma parte de la fuente de corriente. Para controlar la salida de las dos fuentes utiliza-

mos el nodo de entrada DAC1 proveniente del MCU. El rango de tensión de DAC1 abarca de 0 - V_{REF} , típicamente de 0 - 2.5 V.

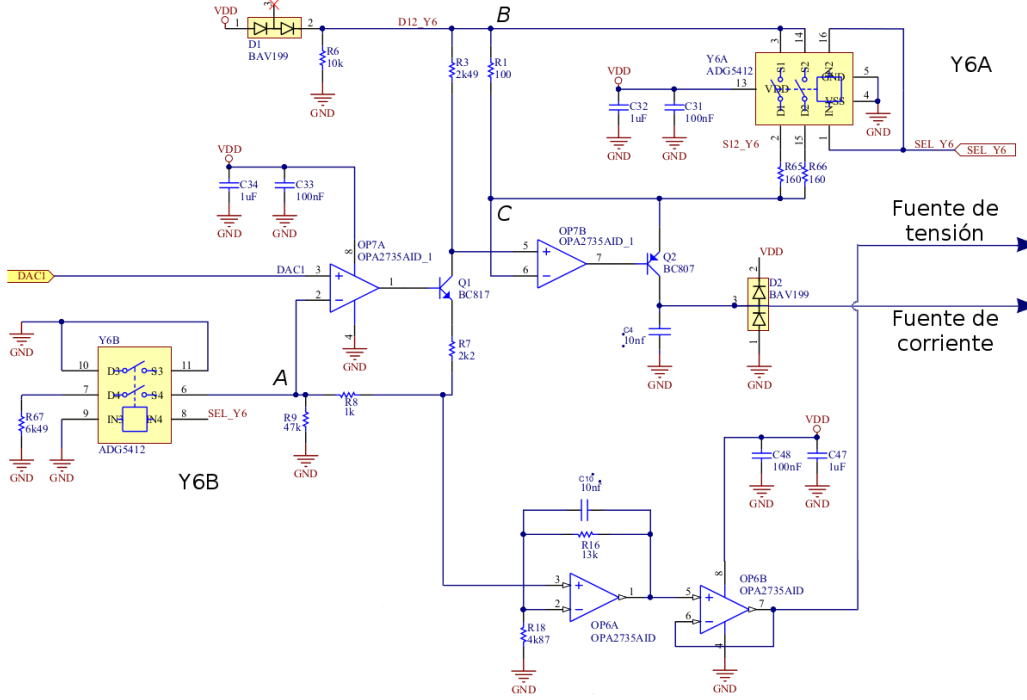


Figura E.1: Circuito esquemático de las fuente de corriente y tensión de la SMU de LabOSat. Se identifican las llaves Y6A y Y6B en los lazos de realimentación de los opamp OP7B y OP7A, respectivamente. $V_{DD} = V_{sup}$.

La versatilidad de la fuente de corriente para suministrar corrientes altas o bajas surge gracias a la presencia de las llaves Y6A e Y6B. La apertura o el cierre de los canales de las llaves modifica las resistencias que se ubican en los lazos de realimentación mediante el acople en paralelo de resistencias pasivas. Así, al cerrar la llave Y6A en el nodo *A* se genera el paralelo R_{67}/R_{49} con una resistencia equivalente de 5.7 k Ω . De la misma forma, al cerrar Y6B entre los nodos *BC* se genera el paralelo $R_1/R_{65}/R_{66}$ con una resistencia equivalente de 47 Ω . Para la fuente de corriente alta LabOSat cierra los canales de ambas llaves produciendo una corriente máxima de 23 mA. Para la fuente de corriente baja el controlador deja ambas llaves abiertas causando una corriente máxima de 1.31 mA. El control de las llaves se realiza por medio de un pines GPIO del microcontrolador MSP430. En la Tabla E.1 se resumen estos valores.

Vale la pena agregar que la fuente de corriente es altamente sensible a los estados de las llaves. Las variaciones en la R_{on} de los canales activos impactan directamente en el rango dinámico de la SMU.

Tabla E.1: Resumen de la configuración de la fuente de corriente alta y baja. Estado de las llaves y rangos. ON: cerrada (3.3 V). OFF: abierta (0 V).

Fuente	Rango	R_{eq}^{BC}	R_{eq}^A	Y6A	Y6B
Alta	23.0 mA	47 Ω	5.7 k Ω	ON	ON
Baja	1.31 mA	100 Ω	47 k Ω	OFF	OFF

Por otro lado, si bien la fuente está ideada para entregar corriente independientemente de la carga que fuerce, estrictamente, sí depende del DUT. Esta aclaración se puede generalizar a cualquier SMU comercial. Sustancialmente, este tipo de dependencias nace por la limitación en potencia de la electrónica que contiene la SMU. Examinando el esquemático de la Figura E.1 una vez que el transistor Q2 se encuentre totalmente polarizado, la tensión en el colector no podrá ser más que $V_C^{Q2} = V_{DD} - V_{D1} = V_{DD} - V_F = 11$ V donde $V_{DD} = V_{\text{sup}} = 12$ V y $V_F = 1$ V según su hoja de datos. Es decir, la potencia de la fuente de corriente está limitada principalmente por la tensión de alimentación y, por ende si saturamos Q2, al aumentar la carga disminuirá la corriente. Por supuesto, al disminuir la tensión de la entrada DAC1, disminuimos la corriente que inyecta la fuente y, en consecuencia, LabOSat podrá forzar cargas dentro de un rango más amplio. Estas observaciones se pueden apreciar en la Figura E.2 donde simulamos la fuente de corriente con una carga variable puesta a tierra. En el gráfico, mostramos las dos curvas de máxima corriente para la fuente de alta y baja (curva sólida azul y punteada naranja, respectivamente) y varias curvas donde mostramos que al disminuir DAC1 podemos excitar cargas mayores.

La relación inversa mencionada en el párrafo anterior queda en evidencia al observar las curvas en escala logarítmica. La pendiente igual a -1 corrobora la limitación en potencia, a medida que aumentamos la carga en una década, la corriente disminuye exactamente en un orden de magnitud.

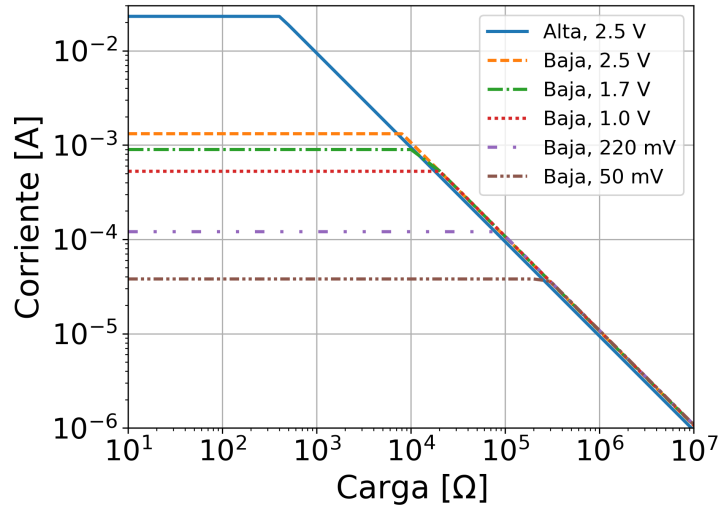


Figura E.2: Corriente entregada por la fuente sobre una carga variable. En la leyenda indicamos la fuente de corriente alta o baja y la tensión de DAC1 configurada en la simulación.

Comportamiento de LabOSat durante la irradiación de protones

Durante la irradiación con protones comentada en la Sección 10.2, LabOSat presentó dos fallas: una en el subsistema de medición de tensión de alimentación y la otra en las fuentes de corriente y tensión. Si bien el controlador fue protegido con un blindaje de Al de 2 mm de espesor, el subsistema que supervisa la tensión de alimentación quedó completamente expuesto y parte de la SMU se vio afectada por la dispersión del haz en el borde del blindaje. En consecuencia, el módulo SVS estuvo operativo únicamente cuando las fluencias fueron relativamente bajas. Luego de la irradiación, comprobamos eléctricamente que el amplificador operacional OP10B que utiliza el módulo fue dañado de tal forma que la tensión sensada no era proporcional a la V_{sup} . Al mismo tiempo, las fuentes de corriente de la SMU sufrieron un daño gradual durante la irradiación. La Figura E.3 condensa la información de cómo evolucionaron las fuentes de corriente alta y baja. Las Figuras E.3a y E.3c nos muestran cómo cambia la calibración de la corriente entregada en función de las cuentas del DAC1. Mientras que las Figuras E.3b y E.3d nos indican cómo fueron los cambios en la calibración en función de la fluencia acumulada para diferentes cuentas de DAC1. Las curvas de evolución de la

calibración nos muestran la misma información que las otras figuras pero de tal forma que podamos entender cómo se transforma cada cuenta de DAC1.

En primer lugar, podemos decir que las curvas las Figuras E.3a y E.3c no varían con una tendencia monótona sino que, la pendiente de la relación, primero aumenta y luego disminuye. Para bajas fluencias acumuladas se mantiene la calibración original (curva sólida roja), luego, gradualmente va aumentando (curvas marrones) y, finalmente, la relación cae a una pendiente menor que la original (curvas verdes). En segundo lugar, las curvas de evolución nos permiten observar que inclusive la fuente de corriente alta pierde la relación de proporcionalidad. Esto se puede apreciar, en los intervalos de irradiación 5 y 6 donde prácticamente 411 cuentas (triángulo verde) aplica la misma corriente cuando los otros dos pulsos aplicados con 137 y 274 cuentas sí aumentan en proporción. El caso de la fuente de corriente baja es aún peor. No sólo observamos un efecto similar entre los intervalos 5, 6, 7 y 8 sino que debido a que se alcanza la saturación de la SMU y la corriente entregada a 4095 cuentas resulta menor que a 2730 cuentas.

Gracias a los dispositivos de control de LabOSat podemos entender cómo varía su SMU. La pregunta que nos queda por responder es qué componente produce esta alteración en el desempeño del subsistema. Motivados por esta pregunta, luego de la irradiación, realizamos una inspección eléctrica de los componentes de la SMU. Particularmente, nos enfocamos en caracterizar las llaves de la fuente de corriente debido a su indirecta exposición (haz dispersado) e injerencia sobre los rangos de la fuente de corriente. Estudiamos la resistencia equivalente producida en el nodo BC (acople de Y6A) y el nodo A (acople de Y6B) marcados en la Figura E.1. Procedimos con la inspección aislando las porciones del circuito del resto de LabOSat. Las mediciones fueron realizadas con la SMU de un Keithley 2400 controlando tensión mientras alimentamos al controlador con 12 V y modificamos el estado de las llaves ADG5412 entregando 0 V (OFF) y 3.3 V (ON) en sus puertos de selección.

Por un lado, pudimos observar que la resistencia equivalente producida por la llave Y6A entre los nodos BC resulta invariante frente al cambio de estado de la llave. Ya sea cerrada (ON) o abierta (OFF) el equivalente registrado es $(63.7 \pm 0.1) \Omega$. Esto quiere decir que la SMU pierde el grado

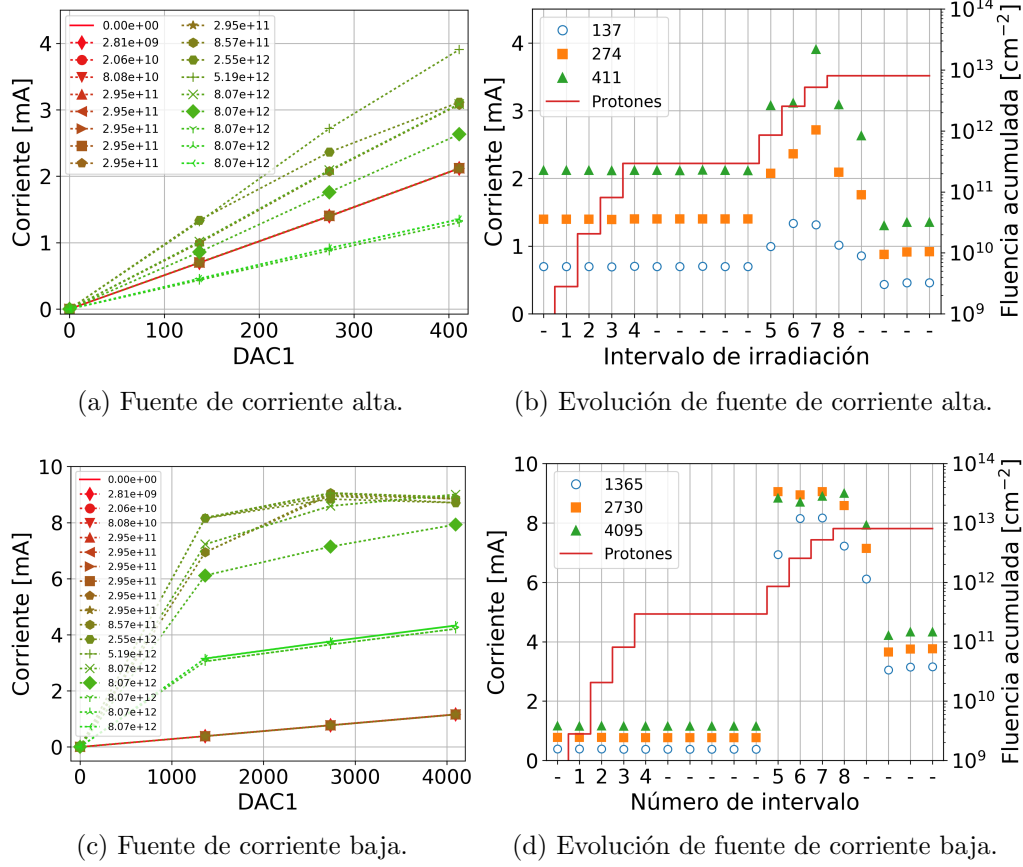


Figura E.3: Comportamiento de las fuentes de corriente alta y baja durante el experimento de irradiación con protones de dispositivos de TiO_2 . Las curvas de calibración fueron obtenidas de las mediciones realizadas por LabOSat sobre un dispositivo de control de 1 k Ω . (a) y (c) Curvas de calibración Corriente vs. Cuentas de DAC1 a lo largo del experimento. (b) y (d) Evolución de la corriente entregada para las cuentas de DAC1 configuradas tras cada intervalo de irradiación. La marca “x” indica que se ejecutó un Test Estándar sin irradiación previa.

de libertad introducido por ese porción del circuito. Asimismo, asumiendo que la resistencia equivalente que produce Y6B en el nodo B se mantiene constante, la fuente de corriente baja expande levemente su rango (simulación no mostrada aquí).

Por otro lado, notamos que la curva $I-V$ del canal de la llave Y6B, ubicada en el nodo A , difería significativamente de lo caracterizado en nuestro laboratorio en la Sección 9.2. Los datos registrados se pueden contemplar en la Figura E.4a. La primera apreciación que podemos hacer es el aumento con-

siderable de la resistencia. La misma diferencia de potencial aplicada sobre el canal produce una corriente un orden de magnitud menor luego de haber sido afectada por la radiación. La segunda apreciación es sobre el estado de la llave. Cerrar o abrir el canal no produce ningún impacto en la llave sugiriendo la posibilidad de que la radiación ionizante haya dañado el circuito del *driver* del canal. Como última apreciación mencionamos que para tensiones mayores a 1 V la derivada de la curva es prácticamente nula, indicando que el canal pasa a estar abierto. Como resultado de estas alteraciones, la resistencia equivalente en el nodo B no cambia frente a los cambios de estado de la llave y, además, depende de la tensión aplicada como puede verse en la Figura E.4b. Allí, podemos ver que R_{eq} adquiere los valores esperados para tensiones menores a 0.4 V pero que al aumentar la tensión la llave comienza a abrirse gradualmente, independientemente de su estado, produciendo una $R_{eq} = (43.6 \pm 0.1) \text{ k}\Omega$.

Las observaciones sobre Y6B sugieren que la SMU posee ahora una fuente de corriente no lineal con la entrada de DAC1. Es decir, la tensión en la entrada no inversora copiada por el opamp OP7A condiciona el valor de la resistencia equivalente del nodo A haciendo que la fuente de corriente varíe de manera no lineal con el DAC1. Esto es posible observarlo en la Figura E.4c donde mostramos la simulación de la fuente de corriente con la resistencia equivalente del nodo A variable con la tensión y la carga del nodo BC fija en $63.7 \text{ }\Omega$. La resistencia equivalente del nodo A fue ajustada por una ecuación sigmoideal $R_{eq}(V) = c_0 / \{1 + \exp[-k(V - x_0)]\} + y_0$ con $k = 12.5 \text{ V}^{-1}$, $x_0 = 0.54 \text{ V}$, $y_0 = 4.8 \text{ k}\Omega$ y $c_0 = 38.5 \text{ k}\Omega$. La respuesta de la fuente la simulamos sobre una carga de $1 \text{ k}\Omega$ en todo el rango de DAC1. La figura muestra cómo la calibración original entre corriente entregada y cuentas de DAC1 configuradas pierde vigencia ya que se ven modificados los límites y la SMU pierde linealidad. Los puntos abiertos graficados son los registrados para la fuente de corriente alta y los puntos cerrados para la fuente de corriente baja. La discrepancia entre la simulación y las mediciones puede estar relacionada con la falla de otros componentes de la fuente como amplificadores operacionales o los transistores BJT. Por ejemplo, en el caso de los BJT, el transistor Q1 estuvo tan expuesto como la llave Y6. El estudio sobre la dosis acumulada en transistores BJT presentado por Chee *et al.* en [171] muestra que la ganancia

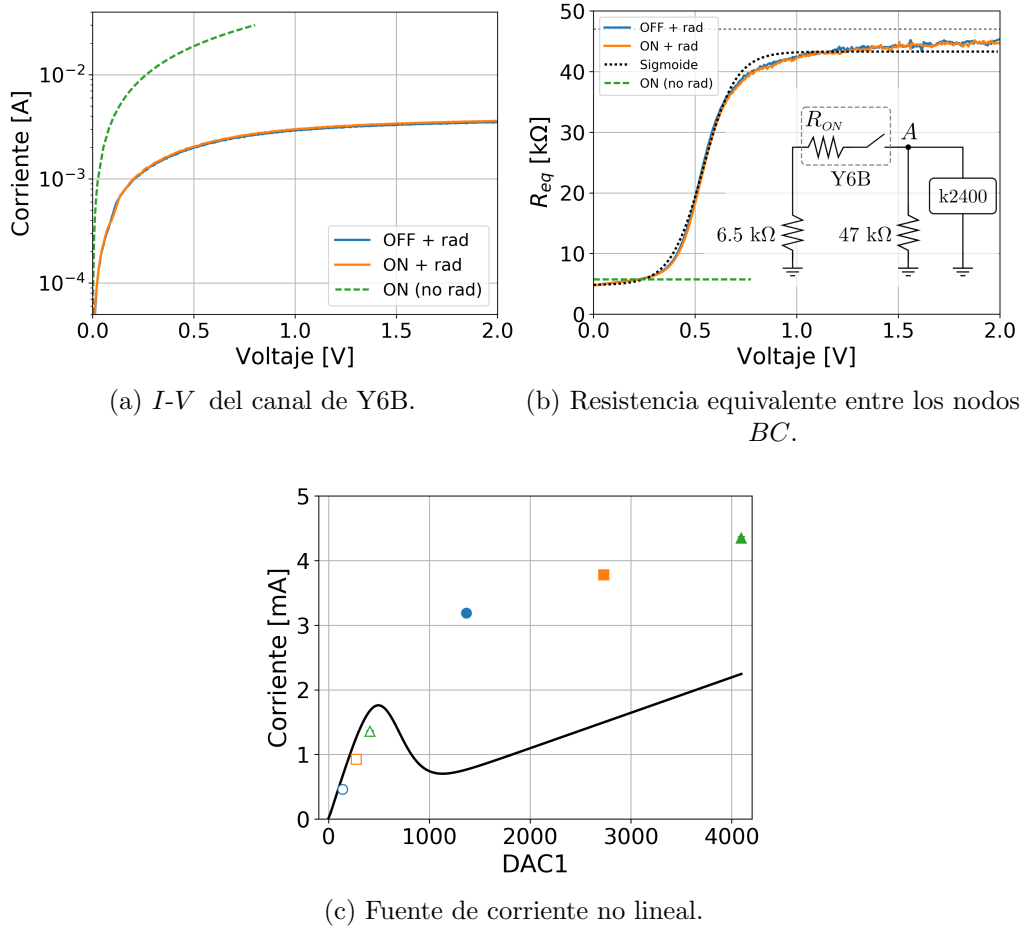


Figura E.4: Inspección eléctrica de la llave Y6B. (a) Curva $I-V$ del canal caracterizado sin irradiar (curva verde rayada) junto con las curvas registradas luego de la irradiación (curvas sólidas) en los estados abierto (ON) y cerrado (OFF). (b) Resistencia del paralelo entre R9 y la llave + R67 luego de irradiado. Las curvas de los estados ON y OFF luego de la irradiación prácticamente se superponen. El paralelo que produce la llave cerrada en condiciones normales (sin irradiar) no depende de la tensión aplicada sobre el canal. La curva negra punteada es una función sigmoideal que representa la dependencia con la tensión. La curva gris punteada es el límite de 47 k Ω . (c) Salida simulada de la fuente de corriente sobre una carga de 1 k Ω con la resistencia del nodo A que depende de la tensión según la función sigmoideal. Los puntos abiertos corresponden a los 3 valores de corriente registrados por el dispositivo de control de la fuente de alta corriente de la Figura E.3b. Los puntos cerrados corresponden a los del dispositivo de control de la fuente de baja corriente de la Figura E.3d.

de los BJT decrece al aumentar la TID acumulada. Considerando que este efecto pueda manifestarse en Q1, tendríamos una disminución en la caída de

potencial sobre R_{eq} del nodo A que aumentaría la corriente que entrega la fuente. De todas formas, para confirmar esta sospecha es necesario realizar nuevos experimentos.

En resumen, durante el experimento LabOSat deja de tener dos fuentes de corriente y pasa a tener una única fuente de corriente que evoluciona en el tiempo. No es posible determinar la fluencia acumulada que soporta la SMU debido a que el haz de protones fue dispersado por el blindaje. Sí podemos afirmar que las mediciones realizadas por LabOSat sobre los dispositivos son confiables hasta el cuarto intervalo de irradiación inclusive. Luego del quinto intervalo, a partir de este análisis, es posible corregir solo una parte de las curvas $I-V$ de los DUTs bajo fluencias acumuladas elevadas.

En la siguiente tabla se detallan los flujos y fluencias presentes en este experimento.

Tabla E.2: Intervalos de irradiación sobre dispositivos ReRAM de TiO_2 controlador por LabOSat. Especie: protones de 10 MeV en Tandem CAC-CNEA.

Intervalo	Duración	Flujo	Fluencia	Fluencia acumulada
	[s]	[p/cm ² s]	[p/cm ²]	[p/cm ²]
1	9	$3.12 \cdot 10^8$	$2.81 \cdot 10^9$	$2.81 \cdot 10^9$
2	54	$3.30 \cdot 10^8$	$1.78 \cdot 10^{10}$	$2.06 \cdot 10^{10}$
3	180	$3.34 \cdot 10^8$	$6.02 \cdot 10^{10}$	$8.08 \cdot 10^{10}$
4	600	$3.57 \cdot 10^8$	$2.14 \cdot 10^{11}$	$2.95 \cdot 10^{11}$
5	600	$9.36 \cdot 10^8$	$5.62 \cdot 10^{11}$	$8.57 \cdot 10^{11}$
6	600	$2.81 \cdot 10^9$	$1.69 \cdot 10^{12}$	$2.54 \cdot 10^{12}$
7	605	$4.37 \cdot 10^9$	$2.64 \cdot 10^{12}$	$5.19 \cdot 10^{12}$
8	600	$4.81 \cdot 10^9$	$2.88 \cdot 10^{12}$	$8.07 \cdot 10^{12}$

Apéndice F

Simulaciones sobre flujos de partículas en LEO

Las simulaciones con la herramienta SPENVIS nos permitieron calcular los flujos de las partículas ionizantes en LEO en función la energía $\varphi(E)$. Para ello la herramienta implementa modelos numéricos para determinar los flujos y fluencias de las partículas ionizantes que se encuentran en diferentes tipos de órbitas LEO, MEO y GEO. Estos modelos numéricos interpolan las mediciones de una gran base de datos elaborada durante las últimas décadas [172]. Como ya mencionamos, las especies que están presentes allí son protones y electrones atrapados, protones y otros iones pesados provenientes del Sol, rayos cósmicos y los fotones de *bremsstrahlung* producidos por estas partículas en los materiales que coloquemos en órbita. En nuestras simulaciones utilizamos el modelo ESP-PSYCHIC *total fluence* para calcular los flujos de protones e iones pesados de erupciones solares, AE-8-MIN y AP-8-MIN para calcular los electrones y protones atrapados en los cinturones de radiación de Van Allen. Todos estos modelos fueron desarrollados por la Administración Nacional de la Aeronáutica y del Espacio estadounidense (NASA). El sufijo MIN hace referencia a la actividad del sol. La actividad solar posee un período de 11 años. La herramienta SPENVIS permite simular los dos casos límites en un mínimo o máximo de actividad solar, es decir, mayor o menor flujo de partículas, respectivamente [173]. La diferencia entre las si-

mulaciones ejecutadas para MeMOSat y LabOSat radica, entre otras cosas como parámetros orbitales (reportados en los Capítulos), en la actividad solar. Para el primer caso utilizamos una actividad solar alta [174] mientras que para el segundo caso, baja, según informa la Administración Nacional de Océanos y Atmósferas estadounidense (NOAA). Por último, a pesar de contribuir poco al flujo total, simulamos el flujo de GCR mediante el modelo ISO 15390 desarrollado por la Universidad de Lomonosov Moscow.

Una vez que SPENVIS posee los flujos de las partículas ionizantes emplea simulaciones de Monte Carlo para calcular rangos de penetración y dosis absorbidas. Particularmente, utiliza el algoritmo ShielDose-2 [175] desarrollado por la NASA. Este algoritmo, mediante la Ecuación 2.3, calcula la dosis total acumulada sobre un material objetivo. La simulación permite colocar el material objetivo detrás de otro material absorbente (blindaje) que frene la radiación incidente. Por ejemplo, podemos calcular la dosis absorbida por un volumen de silicio detrás de un blindaje de aluminio. ShielDose-2 implementa la fórmula de Bethe y datos experimentales para calcular *stopping powers* de diferentes materiales y compuestos en un amplio rango de energías. ASTAR, PSTAR, ESTAR y SRIM utilizan enfoques similares para calcular *stopping powers*.

Estos programas junto con los algoritmos que modelan flujos y fluencias en órbitas terrestres son integrados en la herramienta de simulación SPENVIS [172] para calcular dosis absorbidas en diferentes sistemas espaciales (satélites, vehículos, etc.) que orbitan la Tierra. En los Capítulos 9 y 10 de este trabajo, utilizaremos estos programas para obtener fluencias de los experimentos en los laboratorios y en LEO así como también TID en las órbitas de baja altitud donde operan nuestros dispositivos ReRAM controladas por LabOSat.

Para mayor información detallada sobre los modelos y su implementación debemos recurrir a la referencia [172] y la documentación disponible en <https://www.spenvis.oma.be/help/system/toc.html>.

Apéndice G

Publicaciones

Durante el desarrollo de la tesis de doctorado se publicaron diferentes artículos relacionados con el trabajo expuesto.

- **M. Barella**, G. A. Sanca, F. Gómez Marlasca, G. Rodriguez, D. Martelliti, L. Abanto, P. Levy, y F. Golmar. “LabOSat: Low cost measurement platform designed for hazardous environments”. En *Embedded Systems (CASE)*, 2016 Seventh Argentine Conference on, pp. 1-6, IEEE, 2016.
- G. A. Sanca, **M. Barella**, F. Gómez Marlasca, G. Rodriguez, D. Martelliti, L. Patrone, P. Levy, y F. Golmar. “LabOSat as a versatile payload for small satellites: first 100 days in LEO orbit”. en *Proceedings of the 1st Latin American Symposium of the International Academy of Astronautics on Small Satellites: Advanced Technologies and Segmented Architectures*, IAA-UNSAM EDITA, 2017.
- J. Lipovetzky, M. García-Inza, M. Rodríguez Cañete, G. Redín, S. Carbonetto, M. Echarri, F. Golmar, F. Gómez Marlasca, **M. Barella**, G. A. Sanca, P. Levy, y A. Faigón. “COTS MOS Dosimetry one the MeMOSat Board Results After 2.5 Years in Orbit”. en *Proceedings of the 1st Latin American Symposium of the International Academy of Astronautics on Small Satellites: Advanced Technologies and Segmented Architectures*, pp. 268-273, IAA-UNSAM EDITA, 2017.

- **M. Barella**, G. A. Sanca, F. Gómez Marlasca, W. Acevedo Stevens, D. Rubí, M. García-Inza, P. Levy, y F. Golmar. “Studying RRAM devices at Low Earth Orbits using the LabOSat system”. Proceedings of the Forum BA 2017, 2017 (submitido).

LabOSat: Low cost measurement platform designed for hazardous environments

M. Barella^{1,3}, G. A. Sanca⁴, F. Gómez Marlasca², G. Rodríguez¹, D. Martelliti¹, L. Abanto⁴, P. Levy^{2,3}, F. Golmar^{1,3,4}

¹Centro de Micro y Nano Tecnología del Bicentenario, INTI, San Martín, Bs. As., Argentina

²Centro Atómico Constituyentes, CNEA, San Martín, Bs. As., Argentina

³Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Bs. As., Argentina

⁴Escuela de Ciencia y Tecnología, UNSAM, San Martín, Bs. As., Argentina

mbarella@inti.gov.ar

Abstract—In this work the characteristics and performance of LabOSat platform to carry out experiments over electronic devices in aggressive environments are described. Configurable, portable, low weight and low cost are the main features. First measurements made in our laboratory are presented before testing in space.

Index Terms—Measurement instrument, portable platform, space mission, non-linear devices, resistive switching.

I. INTRODUCTION

LabOSat is a universal platform to perform experiments in harsh environments such as outer space, low pressure - low temperature conditions or high levels of radiation. LabOSat-01, the first version of the platform, is designed to harbour devices to be tested electrically under this kind of conditions. Inside LabOSat-01, there is a module, called MeMOSat, which forces with voltage or current customized sweeps ReRAM non-volatile memory devices and can be easily adapted to any two-terminal device. Moreover, this module, can run endurance tests to study how extreme conditions degrade the memory cells. Its predecessor, MeMOSat-1, is up and running inside “Tita”, a BugSat manufactured by the argentinian company Satellogic [1] which is presently in a LEO (Low Earth Orbit) at approximately 500km.

Nowadays, two boards LabOSat-01 are being integrated on the new satellites that the company is developing and there is a third board executing the programmed experiments at our labs as control sample. Figure 1 shows the board with an inset of a ReRAM device.

In the following sections, a general description of system’s hardware and software is given. Then, the capabilities of the board are explained followed by the description of the devices measured in this work. Finally, the characterization of current source and the implementation of LabOSat in the laboratory are presented. This work is the first step to validate LabOSat as an instrument platform for performing electronic measurements in hazardous environments.

II. SYSTEM OVERVIEW

A. Hardware description

The building blocks of LabOSat are depicted in Figure 2. The core of the board is a mixed signal microcontroller MSP430F1612 (Texas Instruments) which controls all the

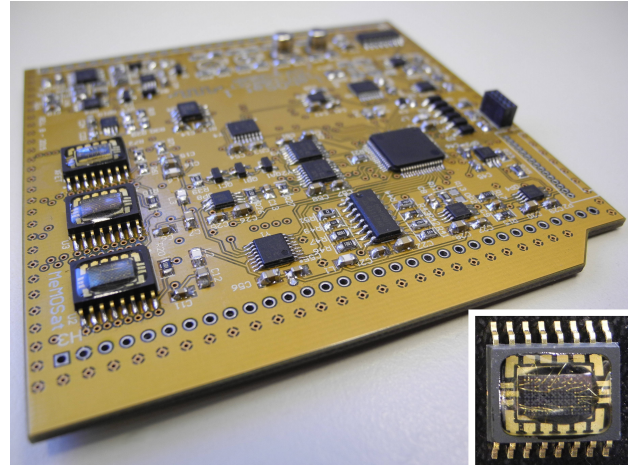


Fig. 1: LabOSat-01 board. Inset: encapsulated ReRAM device.

peripherals circuits (blocks) designated to specific tasks. This microcontroller is frequently used in Low Earth Orbit missions to drive CubeSats and was tested by NASA [2]. It uses 12-bit DACs outputs to precisely control the voltage or the current that will stimulate on-board devices. The 12-bit ADCs inputs are used to measure the response of the DUTs and other parameters that are periodically checked to guarantee the correct behaviour of the board. Finally, there are several addressing pins located at the GPIO ports that are dedicated to switch between blocks or modes of operation. The following are the most relevant blocks of LabOSat-01:

To measure temperature we use a LM74 thermometer (Texas Instruments) which communicates through SPI and is configured to measure temperatures over 0°C up to 125°C. Nevertheless, all commercial components of LabOSat are designed to operate in temperature ranges from -40°C to 85°C.

The dosimeters block, COTS pMOS transistors characterized as radiation sensor, is designed to measure total ionizing radiation. This module is crucial for space applications or measurements inside a particle accelerator for example.

The MeMO block is dedicated to experiments over memory devices, particularly, devices based on Resistive Switching phenomena [3] which are expected to work well under big dose of radiation. Other devices could be embedded such as non-volatile memories like flash memories.

There is another experiment running inside LabOSat de-

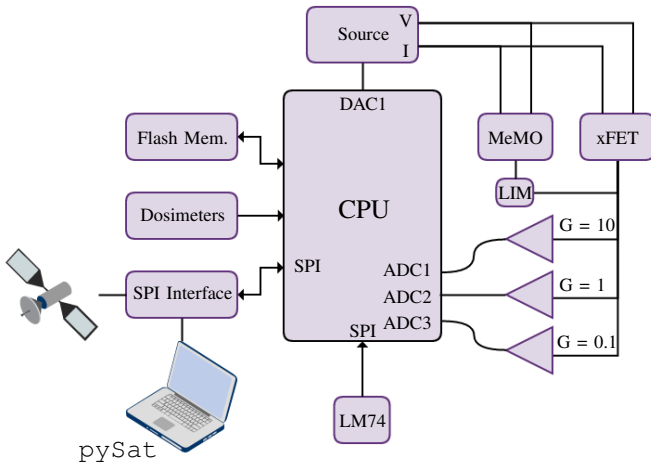


Fig. 2: Block diagram of LabOSat-01.

signed to study the performance of transistors. This block is named xFET and basically can test any transistor device, commercial or custom made.

The goal of the last two blocks is to electrically test devices degradation under hostile conditions. Stimuli to test devices can be delivered sourcing voltage or current and controlled with high precision using DAC outputs. When sourcing voltage, current limitation is possible. As said before, measurements are made using the ADC inputs and each of them is preceded by a buffer and an amplifier in order to gain or attenuate the signal giving wide range measurements and avoiding out-of-range ADC readings. The MeMO block allows operation over 28 devices and the xFET block over 6.

The current source circuit was inspired by the current loop used in the CIAA project [4] and was implemented with minor modifications to fulfill the requirements of ReRAM devices. This current block allows LabOSat to perform new experiments in MeMO module in contrast to its predecessor MeMOSat-1. When sourcing current, LabOSat can deliver up to 23mA with a maximum power of 230mW over DUT.

PCB is made of four layers where the outer ones are ground planes and the inner layers hold the tracks routed with Manhattan strategy to reduce crosstalk and parasitic capacities.

LabOSat also has an external port to perform MeMO or xFET remote experiments in a reduced-size board. The board weights 36g and it's dimensions are $100 \times 100 \times 15$ mm which makes LabOSat a light-weight and portable platform.

B. Firmware description

When LabOSat-01 is turned on it starts in idle mode, waiting for instructions over SPI communication port (Figure 2). The firmware is written in C and is programmed to understand a short set of instructions. Most relevant are described in the following paragraph.

It's alive: First but not the most important instruction is *alive?*, which asks the board if it is listening to SPI port. This instruction must be executed until the board answers *alive* which could be translated as "I'm alive, synchronized and waiting for new instructions".

Execute Standard Test: The `stdTest` instruction or Standard Test routine comprises several steps where supply voltage of the board (V_{battery}), temperature (T), dosimetry (dosimeters' voltage) and response of ReRAM devices and transistors is measured. Figure 3 shows the pseudo-code of the Standard Test routine. This instruction can only be executed once a day.

```
stdTest request
if a day has passed then
    execute Standard Test
else
    do not execute Standard Test
end if
```

```
stdTest execution
read dosimetry,  $V_{\text{battery}}$  and  $T$ 
for each ReRAM in bank 1 do
    measure IV or endurance test
end for
read  $V_{\text{battery}}$  and  $T$ 
for each ReRAM in bank 2 do
    measure IV or endurance test
end for
for each xFET do
    measure modulation and output characteristic curve
end for
read  $V_{\text{battery}}$  and  $T$ 
```

Fig. 3: Pseudo-code of Standard Test request and execution.

How measurements are reported: The `sendReport` instruction requests the last report generated by LabOSat. It could be the report of a Standard Test or other instruction (not explained here). The length of the report is informed within the first bytes making the communication more robust by the implementation of a timeout.

C. Interface and Communication

All data is saved on microcontroller's flash memory after execution. To download, communication through SPI with `sendReport` command must be done. The length of the report depends on the kind of instruction sent and it is reported within the first bytes of data, inside the header of the report. The header also contains an identification number of the board, the report number, the CRC-16 of the report itself, a time stamp that indicates when the last instruction was executed and a status byte which indicates errors and logs. The calculation of report's CRC-16 is executed to check if memory or communication was corrupted by a bit flip as a result of ionizing radiation for example.

The decodification of the report is made with a Python script which facilitates the reading of the flash data and allows to see easily if the behaviour of each device differs from last execution.

The LabOSat-01 is programmed to produce reports of less than 3 kB because of satellite's telemetry bandwidth availability. On Earth, as we want to reproduce same operation

conditions (except the harsh environment) the report is downloaded with an emulated satellite made with an Arduino Nano using the built-in SPI to USB module and a script written in Python. The emulation program, i.e. communication and decodification, is called pySat.

III. DEVICES UNDER TEST

A. Single-bit ReRAMs

The on-board DUTs are tri-layer structures composed of two metallic electrodes divided by an oxide thin film fabricated at our laboratories. The studies are focused on non stoichiometric titanium oxide (TiO_{2-x}) and manganite $\text{La}_{1/3}\text{Ca}_{2/3}\text{MnO}_3$. On this devices, the Resistive Switching works, taking advantage of oxygen vacancies inside the oxide cell. When an electric field is applied it produces the formation of mixed filamentary structures formed by these vacancies and metal atoms from the electrodes. This structure reduces the resistance of the dielectric oxide cell working as a parallel resistance of lower value. In some cases, depending on the applied field, the filamentary structure could short circuit the electrodes and leave the device in a very Low Resistance State (LRS).

The switching between different non-volatile resistance values or “states” is exhibited when this filamentary structure is disarmed (or even fused) and formed again. This is accomplished by applying voltage or current pulses of opposite polarity (bipolar Resistive Switching).

Measurement principle: The way we test degradation on devices is performing IV curves and endurance tests. The first allow us to study the dynamic response of the cell, precisely how SET (write) and RESET (erase) process evolve from first IV curve. The latter let us to understand how degradation modifies the device’s performance as a memory unit working in a static way.

The devices can be controlled imposing a voltage or injecting current through it. In the first case, as can be seen from Figure 4a, the device is in series with a shunt resistance and the value of V_2 is measured to infer the voltage drop over the device. On the other hand, when current control is preferred, the device is subjected to the circuit showed in Figure 4b and V_1 gives information of the voltage drop over it. Either the case, the stimuli of the source will depend on the kind of experiment to be performed and the voltage or current value imposed by the source is set with the DAC output of the microcontroller. Each mode is configured with multiplexers and/or switches that are addressed with GPIO ports. As sources only apply positive voltage (current) two switches give the control of the polarity of the devices.

a) Voltage mode: the math to obtain the voltage drop and the current through the device when the voltage source is selected is shown in the following equations. The source sweep (V^+), parasitic resistances (R_3 and R_4) and shunt are known and V_2 is measured so Kirchhoff’s law returns:

$$I_{\text{mem}} = \frac{V_2}{R_{\text{shunt}}} \quad (1)$$

$$V_{\text{mem}} = \Delta V = V^+ - V_2 - I_{\text{mem}}(R_3 + R_4) \quad (2)$$

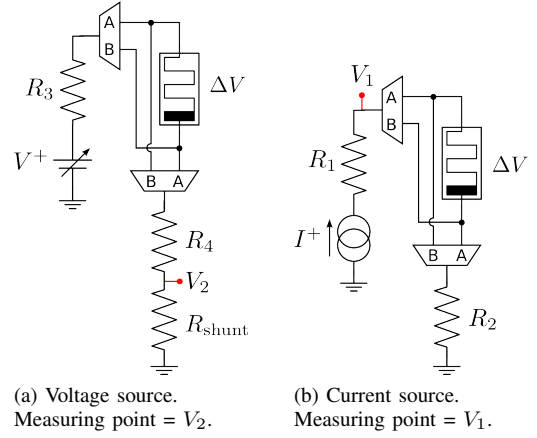


Fig. 4: Simplified circuitry when device is being controlled by different sources. Labels “A” and “B” indicate the connections which select device’s polarity.

b) Current mode: when current control is selected, the source sweep (I^+) and parasitic resistances (R_1 and R_2) are known and V_1 is measured instead. In this case, Kirchhoff’s law returns:

$$I_{\text{mem}} = I^+ \quad (3)$$

$$V_{\text{mem}} = \Delta V = V_1 - I_{\text{mem}}(R_1 + R_2) \quad (4)$$

If polarity is inverted, either current or voltage mode, current flowing through memory can be considered negative taking into account the device Bottom and Top Electrodes. In consequence, voltage drop will be negative too.

Parasitic resistances arise from on-resistance of multiplexers and switches. Actually, LabOSat uses DG406 and ADG5413, respectively. Both of them have been characterized on Earth as a function of supply voltage at room temperature but, in order to obtain more accurate data, measured temperature and supply voltage can be used to extrapolate the tabulated data (datasheets available from Analog Devices and Maxim, respectively). As a result, this will improve the estimation of voltage drops and currents.

As said in Section I, the devices can be subjected to two different kind of experiments: endurance test and IV test, static and dynamic response test, respectively.

The **Endurance Test** concerns application of successive pulses of opposite polarity in order to achieve a fixed number of commutations. For example, if the device is in High Resistance State (HRS) and one commutation is desired to occur, the test will run applying SET pulses until the transition to the LOW state takes place. In case of two commutations, after reaching the LRS, RESET pulses will be applied until high state is recovered.

The amplitude, duty cycle and period time can be configured and if the writing pulse (either SET or RESET) is done in voltage mode also the shunt resistance must be configured. Between each writing pulse a reading pulse is applied to measure if the state of the device has changed. Additionally, the algorithm behind the test requires two preset levels (states or resistance values) to define a window of operation. It is desired that each pulse commutate the device between levels

outside this window but, if is not the case, the number of tries, i.e. the number of pulses of SET or RESET pulses, can be augmented.

By the same token, the **IV Test** can be configured to stimulate the sample with a current sweep or a voltage sweep. The sweep is interpreted as a sequence of triangular stimuli, cast by the number of points (steps) and incremental positive and negative amplitude. As a result, the triangular sweep, starts from zero up to the maximum positive amplitude, then to maximum negative amplitude and back to zero. The maximum amplitude is defined by the *number of steps* multiplied by the *incremental amplitude*. Polarity of sweep can be set to start negative or positive. Henceforth, a starting positive voltage stimuli would be $0 \rightarrow V_{\text{pos}} \rightarrow 0 \rightarrow -V_{\text{neg}} \rightarrow 0$.

The sweep can be configured to read the resistance state between sweep steps. Also if voltage control is selected the value of the shunt resistance must be set. When the current sweep is selected the shunt parameter is ignored.

In addition, as this platform is designed to work under aggressive environments, storage of measurements is limited due to restriction in download bandwidth. Because of this, the *number of steps per record* is another parameter to set when IV test configuration comes into play. This parameter is related with the *number of steps* to be applied because it determines how many steps would be recorded.

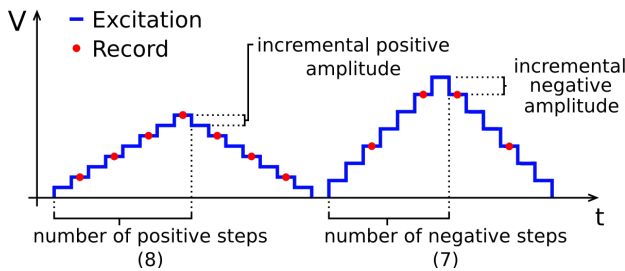


Fig. 5: Example of a voltage controlled IV test. Positive stimuli is conformed of 15 steps (8+7) and the negative of 13 steps (7+6). When second stimuli starts the device is inverted for the purpose of *seeing* the stress as negative. Recording points were chosen to illustrate the possibility of sampling (or not) the response at maximum stimulus.

To give an example on Figure 5 a voltage sweep of 15 positive steps (the configured 8 ascending steps plus 7 descending steps) and 13 negative steps (the configured 7 ascending steps plus 6 descending steps) with different incremental amplitude. When second sweep starts LabOSat swaps the polarity of the device in order to apply a negative stimuli. The number of *steps per record* was set to 2 in the positive excursion and 3 in the negative. As the number of positive steps is divisible by 2, LabOSat will register the measurement made when maximum positive pulse is applied. In contrast, as the number of negative steps is not divisible by 3 the response for the maximum negative value is not recorded. This example makes clear that forcing sweeps and reported data can be configured independently. This option gives LabOSat a great flexibility when managing big amount of data (long sweeps). Furthermore, when working with devices which exhibit hysteresis this possibility allows to report specific responses in order to save storage space still revealing the device behaviour.

Coupled with this configuration LabOSat software allows to select how many ADC readings are going to be done in each measurement. Possible values are one, two or four readings. After acquisition, the readings are averaged and reported as a single value.

B. Transistors

The fabrication of these multi-finger transistors use non-CMOS compatible materials and were fabricated within a cleanroom facility.

Measurement principle: Experiments on transistors are configurable to perform voltage sweeps on drain with fixed gate voltage and the opposite, sweeps on gate with fixed voltage over V_{xFET} , Figure 6. Source voltage, V_S , is set to 1V but can be simply configured via hardware to any desired value. Measurements are taken from V_D node and converted to drain current using the known value of R_D and the applied V_{xFET} :

$$I_D = \frac{V_{\text{xFET}} - V_D}{R_D} \quad (5)$$

This let the user plot two distinctive curves of the transistor: the output characteristic curve (I_D vs. V_{DS}) and the transfer curve (I_D vs. V_{GS}).

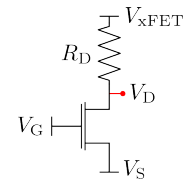


Fig. 6: Configurable experiment over custom transistor.
 Encapsulation

As devices are custom-made within cleanroom facilities an encapsulation step is needed before integration to LabOSat. First, fabricated samples are diced to small dies to fit in a commercial SOIC-16 where they will be wire bonded. Second, an epoxy over the bonded devices is placed to protect them from physical damage. After the curing of epoxy the encapsulated devices are submitted to vacuum test up to 10^{-6} mbar and harmonic and random shaking test from 10Hz to 1kHz with 6.8g (RMS) maximum amplitude.

Between every fabrication step, from deposition over silicon wafer to epoxy protection on SOIC, an electric test is performed to see if the device is still working as expected. A picture of a device after the whole fabrication process is shown in Figure 1 (inset).

C. Dosimeters

LabOSat-01 has two commercial pMOS transistors that were characterized before integration to boards. These devices work as dosimeters, in the sense that incident radiation dose can be inferred from periodic measurements of the threshold voltage. As V_{th} is affected by the Total Ionizing Dose (TID), its shift can be used to estimate the dose absorbed by the board. This parameter is measured indirectly by biasing the source of the pMOS with a known current and voltage (I_S and V_S) while the drain is grounded. Then, reading the gate voltage allows to observe variations in V_{GS} which will be traduced to V_{th} variations [5], [6].

IV. RESULTS

Linearity of the platform

One of the improvements of LabOSat-01 with respect to MeMOSat-1 is the possibility of forcing current through the ReRAM devices. Characterizing this block is critical to understand how measurements are made. The linearity of the current block was checked forcing current sweeps of half DAC range to a $1\text{ k}\Omega$ resistor while sampling ADC inputs and the DAC output with a Keithley SCS-4200. Also, LabOSat was asked to report the results in order to compare both acquisitions.

The response of the current source and acquisition stages was found to be linear in the range $0 - 2.5\text{V}$. The data measured by LabOSat is in agreement with the curves acquired with the SCS-4200. The characterization of this block can be seen in Figure 7. The linearity of the system is guaranteed along the ADC input range. Additionally, this graph shows the capability of LabOSat when recording data. If an ADC input is out of range, the channel is saturated. Then, LabOSat discards the measurements taken by that channel and changes to the next not-saturated channel to continue to sample the signal without saturation avoiding losing changes of the device response.

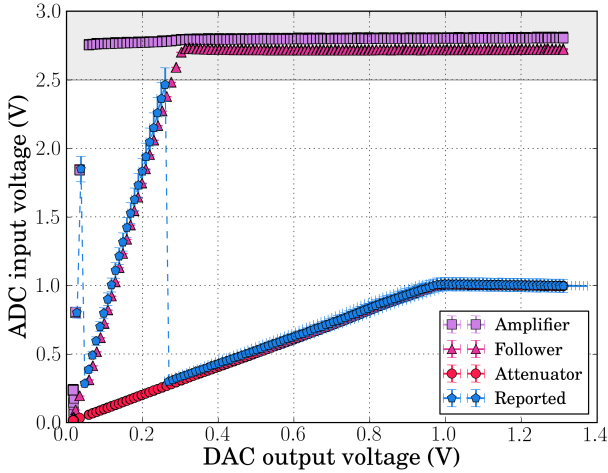


Fig. 7: System linearity when sourcing current. Measurement performed over a $1\text{ k}\Omega$ resistance while current source is being controlled by DAC output. Multiple ADC inputs were acquired: attenuated, buffered (follower) and amplified. Shaded area indicates out of range ADC channels, thus not sensed.

This measurements allowed to find DAC offset voltage, DAC gain error and the ADC gain error for the microcontroller. These values were found to be lower than the maximum reported by the manufacturer and are being used for software correction in data processing.

Working with DUTs

As shown at the inset of Figure 8 the memory cell exhibits the typical behaviour of a Resistive Switching device. The non-smooth electrical hysteresis indicates that commutation is achieved [7], [8].

During the SET process, as the device is being controlled by current, the transition from HRS to LRS is power regulated meaning that $P = I^2R$ will be diminished if the remnant resistance gets lower.

The 12-bit DAC of the microcontroller and the ability of LabOSat-01 to precisely control current and voltage over the same device allow us to observe the dynamic behaviour of a typical commutation. Within set process 349 pulses are applied and 447 for reset process. The *number of steps per record* for set process is set to 5 and 7 for reset, this gives a record of 63 data points for set and 69 for reset. With this in mind the curve acquired with the platform has 132 points. This number was chosen to equitably distribute data storage along 18 devices, 13 ReRAM devices and 5 xFETs.

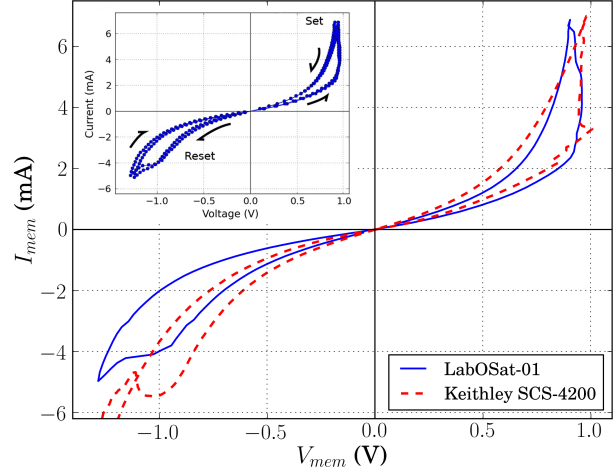


Fig. 8: Dynamical response obtained with different instruments over the same TiO_2-x -based ReRAM device. Inset: IV curves of the device after two consecutive Standard Tests.

Comparative Analysis

To illustrate the performance of LabOSat-01 as a measurement and characterization instrument, same I-V curves were performed on a Keithley SCS-4200 over the same device. These experiments were performed using KITE software with two routines to perform a current controlled SET sweep followed by a voltage controlled RESET sweep. Two SMUs were used to stress the sample. The programmed stimuli involved 142 steps for set and 302 for reset. The software allowed us to record the responses in all steps of the sweeps. Comparison can be seen in Figure 8.

Same behaviour is observed in dynamic response with either instrument. The shift between curves raises from fact that when devices are coupled into LabOSat-01 for testing, parameters of the IV test must be tuned to obtain the desired response as said in Section III-A. In contrast, measurements done with SMUs can be considered to be performed without any loads.

Experiments over transistors are shown in Figure 9 and 10. The plots concern several sweeps of V_{xFET} for different fixed gate voltages and sweeps on gate for different fixed V_{xFET} voltages. In the modulation curves, Figure 9, besides LabOSat forces the sweeps on V_{xFET} with same voltage values, V_{DS} are not repeated between curves. As described in Section III, V_{xFET} is imposed and V_{D} is directly measured so, actually, V_{DS} is deduced from measured data as $V_{\text{D}} - V_{\text{S}}$. This effect is consequence of the presence of R_{D} which allows LabOSat to calculate current through drain in a simple and effective

way. In more sophisticated instruments, as the Keithley SCS-4200 used in this work, there is no effect due to loads because the measurement principle is different from the one employed by the platform. However, this effect does not disturb the observation of the transistor behaviour.

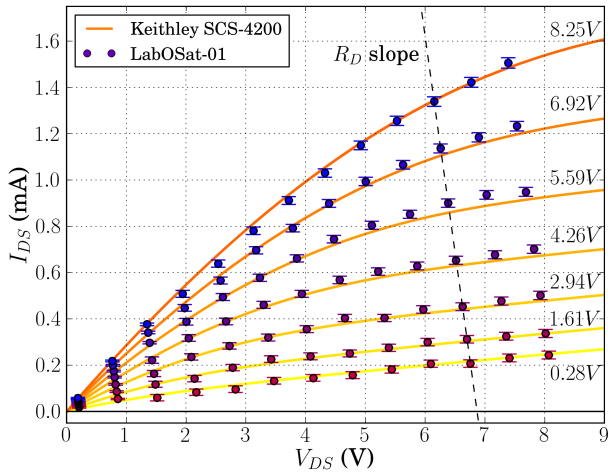


Fig. 9: xFET drain current vs. drain-to-source voltage measured with LabOSat-01 and Keithley SCS-4200 for several values of V_{GS} indicated next to solid curves. The line depict the effect of the load over the drain for same V_{XFET} .

Transfer curves of transistors, Figure 10, needs to be analyzed taking into account that R_D keeps $V_{XFET} \neq V_D$. When $V_{GS} \sim 0$, $V_{XFET} \sim V_D$ but increasing gate polarization leads to a bigger current flow through drain and so $V_{XFET} > V_D$ for $V_{GS} > 0$. This difference depends on the value of the load over the drain. At first sight, a small value seems to be the correct choice but the ADC's resolution sets a minimum value in order to clearly resolve drain currents. On the other hand, a large value would give a good dynamic range to work with drain currents but would produce high voltage drops. In this case, LabOSat, was designed to work with a medium load (500Ω) to obtain ratios $V_D/V_{XFET} > 0.85$ (15% variation from V_{XFET}). The shaded area in the plot indicates the points that differ in more than 10%, out of this area curves acquired with LabOSat and SCS-4200 overlap within the error bars.

V. CONCLUSIONS

First measurements with LabOSat-01 returned excellent results and exhibited to be in great agreement with the ones performed with more sophisticated and expensive equipment. They also showed that LabOSat is capable of forcing negative and positive currents (or voltage) on two-terminal devices. The ability to perform dynamic and static experiments and the flexibility it has when recording data make LabOSat a great instrument to study ReRAM devices.

In summary, LabOSat is a portable, configurable and low cost platform to perform voltage and current sweeps plus endurance test over electronic devices in harsh environment.

ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to thank to R. Ferreira, E. Paz, W. R. Acevedo and D. Rubí who participated in the fabrication

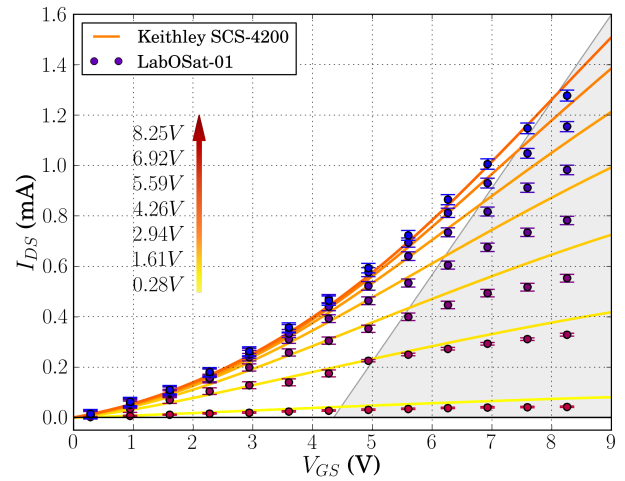


Fig. 10: xFET drain current vs. gate-to-source voltage measured with LabOSat-01 and Keithley SCS-4200 for several values of V_{DS} indicated next to the vertical color mapped arrow. In case of LabOSat data, V_{DS} is not strictly fixed along same curve. Shaded area enclose the points were LabOSat sensed drain voltages 10% deviated from V_{XFET} due to load R_D .

of ReRAM devices; P. Stoliar, L. Hueso, E. Lopez and L. Patrone who were involved in fabrication of xFET devices; M. G. Inza and J. Lipovesky who facilitated the dosimeters. The authors acknowledge financial support from ANPCyT PICT 2013-0788 "MeMOSat" and UNSAM-ECyT FP-001.

REFERENCES

- [1] "Satellogic." [Online]. Available: <http://www.satellogic.com/>
- [2] S. M. Guertin, M. Amrbar, and S. Vartanian, "Radiation test results for common cubesat microcontrollers and microprocessors," in *Radiation Effects Data Workshop (REDW)*, 2015 IEEE, July 2015, pp. 1–9.
- [3] R. Waser, R. Dittmann, G. Staikov, and K. Szot, "Redox-Based Resistive Switching Memories: Nanoionic Mechanisms, Prospects and Challenges," *Adv. Mater.*, vol. 21, no. 25-26, pp. 2632–2663, Jul. 2009.
- [4] "Argentinian open industrial computer." [Online]. Available: <http://www.proyecto-ciaa.com.ar/>
- [5] J. Lipovetzky, E. G. Redin, and A. Faigón, "Electrically erasable metaloxide semiconductor dosimeters," *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 54, no. 4, pp. 1244–1250, Aug 2007.
- [6] M. García-Inza, S. Carbonetto, J. Lipovetzky, M. J. Carra, L. S. Salomone, E. G. Redin, and A. Faigón, "Switched bias differential mosfet dosimeter," *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 61, no. 3, pp. 1407–1413, June 2014.
- [7] N. Ghenzi, M. J. Sánchez, D. Rubí, M. J. Rozenberg, C. Urdaniz, M. Weissman, and P. Levy, "Tailoring conductive filaments by electroforming polarity in memristive based tio2 junctions," *Applied Physics Letters*, vol. 104, no. 18, 2014.
- [8] D. Rubí, A. Kalstein, W. S. Román, N. Ghenzi, C. Quinteros, E. Mangano, P. Granell, F. Golmar, F. G. Marlasca, S. Suarez, G. Bernardi, C. Albornoz, A. G. Leyva, and P. Levy, "Manganite based memristors: Influence of the electroforming polarity on the electrical behavior and radiation hardness," *Thin Solid Films*, vol. 583, pp. 76 – 80, 2015.

LabOSat as a versatile payload for small satellites: first 100 days in LEO orbit

G. A. Sanca (1), M. Barella (2,3,4), F. Gomez Marlasca (4), G. Rodríguez (2), D. Martelliti (2), L. Patrone (2), P. Levy (3,4), F. Golmar (1,2,3)

(1) ECyT-UNSAM, Martín de Irigoyen 3100, B1650JKA, San Martín, Bs As, Argentina

(2) CMNB-INTI, Avda. Gral. Paz 5445, B1650KNA, San Martín, Bs. As., Argentina

(3) Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Bs. As., Argentina

(4) DMC, GAIANN, CAC-CNEA, Avda. Gral. Paz 1499, 1650, San Martín, Argentina

*gsanca@unsam.edu.ar

Abstract: In this work the first results obtained by LabOSat-01 platform are presented. This platform was designed for testing custom devices on board of small satellites. Two LabOSat-01 type boards were launched and placed into Low Earth Orbit (LEO) on May 30, 2016. We present here an analysis of data collected by one of these boards during the first days of mission. Total Ionization Dose results are compared with data acquired by LabOSat-01's predecessor board, MeMOSat-01, launched in 2014.

1. Introduction

LabOSat (acronym for "Laboratory On a Satellite") is a universal electronic platform designed to perform experiments in harsh environments, such as outer space [1]. LabOSat-01, the first version of the platform, was designed for testing custom devices on board of small satellites. Two LabOSat-01 type boards were launched and placed into Low Earth Orbit (LEO) on May 30, 2016 in two different nano-satellites, Ñusat-1 and Ñusat-2, developed by the Argentinian company Satellogic [2].

The LabOSat-01 board is divided into different subsystems. The "MeMO" subsystem is dedicated to experiments on custom made ReRAM devices, a novel technology based on the Resistive Switching phenomena on metal-oxide-metal capacitor like devices. Another subsystem, called "xFET", was specially designed to test any transistor device. The goal of these two subsystems is to test devices' degradation under hostile conditions. Stimuli applied to Devices Under Test (DUTs) can be either sourcing voltage

or current. The MeMO subsystem allows operation over 30 devices while the xFET subsystem allows over 7. Both of them work as Source-Measure units (SMUs).

Although the satellites have been in orbit since June 2016, first experiments began in November after satellite's boot-up routines. After more than 100 days of operation in LEO, telemetry data and results from the experiments running inside LabOSat-01 are analyzed and discussed.

2. Background: MeMOSat-01

LabOSat's predecessor, MeMOSat-01, is a CubeSat-like platform which was specially designed to measure ReRAM devices in LEO. It was installed inside BugSat-1 and is working since June 2014. Besides measuring the I-V curves of the DUTs, MeMOSat-01 senses Total Ionization Dose (TID) using COTS pMOS transistors. The principle of operation and the design of those subsystems in LabOSat were inherited from MeMOSat-01, nonetheless they were improved to cope with new requirements.

3. Brief description of the platform

3.1 Hardware

LabOSat-01's communication and experiment modules are commanded by the ultra-low-power microcontroller (MCU) MSP430F1612, frequently used in LEO CubeSat-like missions. Guertin *et al.* [3] showed that this MCU presented no failures up to 20 krad of Total Ionization Dose. Calculations performed by

Samwel *et al.* [4], [5] suggest that expected TID for LEO must be at maximum 10 krad/yr and strongly decreasing depending on the Al shielding. At the present time, measurements realized by MeMOSat-01 in BugSat-1 [also presented in this proceeding book – Lipovetzy *et al.*] show that TID is approximately 1.2 krad/yr, at a 480 rad/yr rate, which implies that the MCU is suitable for LabOSat's 3-year mission.

LabOSat's SMUs are capable of exciting the DUTs with voltage or current. MCU's 12-bit DACs outputs are used to control voltage or current sources that force on-board devices. The 12-bit ADCs inputs are used to measure the response of the DUTs and other parameters that are periodically checked to guarantee the correct behaviour of the board. The DACs and ADCs are configured to use the internal 2.5 V voltage reference. To increase the dynamic range in measurements and avoid out-of-range ADC readings, amplifier or attenuator stages are used. GPIO ports are used to switch between subsystems or modes of operation.

The MeMO subsystem was designed to perform experiments over memory devices, particularly ReRAM devices, a technology believed to be intrinsically resistant to radiation [6]. In general, any 2-terminal device can be excited and measured. Another experiment is running aboard LabOSat, designed to study the performance of transistors. This subsystem is named xFET and basically is able to test any 3-terminal device, commercial or custom made.

A more detailed description of the LabOSat's subsystems, like ReRAM and xFET modules, and condition-signal measurement can be found in a previous work made by Barella *et al.* [1].

3.1.2 Dosimeters

LabOSat-01 has COTS pMOS transistors, characterized before integration to measure TID. Its exposure to ionizing radiation causes, among other effects, a shift of the threshold voltage (V_{th}). This effect is explained by charge accumulation in the traps of an oxide. Electron-hole pairs are created when a charged particle

passes through the gate oxide of MOS transistors. In silicon oxide, electrons has a higher mobility than holes so they are swept out of the oxide, typically in a picosecond or less. However, in that first picosecond, a fraction of the electrons and holes will recombine. The holes, which escape initial recombination, are relatively immobile and remain near their point of generation, where they cause a negative threshold voltage shift in a MOS transistor [9].

Hence, as V_{th} is affected by TID, its shift can be used to estimate the dose absorbed by the board. This parameter is measured indirectly by biasing the source of the pMOS transistor with both known current and voltage (I_S and V_S) while the drain is grounded. Then, reading the gate voltage allows to observe variations in V_{GS} , which will be traduced to V_{th} variations [7], [8].

Figure 1 shows a simplified schematic of the dosimeter's configuration. LabOSat has four on-board dosimeters and the possibility to connect other four external dosimeters, to be located in strategic spots. In order to measure all of them, multiplexers are used. In Ñusat missions, only two on-board dosimeters were placed in each board. Also, a resistor was welded as control.

As shown in the schematic, the voltage is measured at the gate of the transistor. Since it is a pMOS transistor, drain is grounded and V_{GS} voltage which is used to measure TID must be negative. In this configuration, the source voltage value is determined by the voltage divider formed by R_1 and R_2 resistors. Thus, the reference voltage, V_{REF} , is a fraction of the supply voltage.

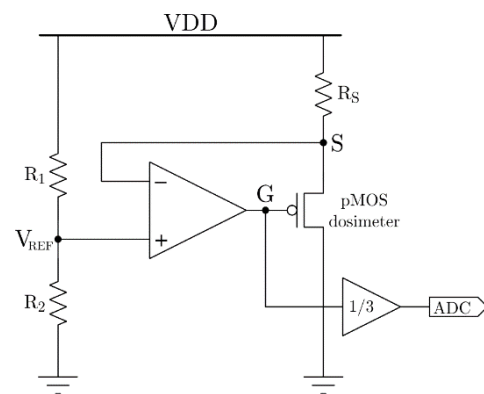


Figure 1. Simplified schematic of the dosimetry module.

As the gate voltage must exceed 2.5V, it is out of the ADC reading range. To solve this, an attenuator stage is used, as shown in the Figure 2. Finally, V_{GS} is determined by

$$V_{GS} = V_G - V_S = 3V_{ADC} - \alpha V_{DD} \quad (1)$$

here α is a fraction given by the voltage divider. The variation in time of the voltage V_{GS} will be proportional to the incident TID, according to the sensitivity of each dosimeter. To improve accuracy in the measurement, corrections using measured temperature and power supply are possible.

3.2 Firmware

Firmware was designed to perform three major tasks: communicate with the satellite's main computer, control the experiments and process data acquired during the experiments. Communication with the satellite, physically implemented with a 200 kHz 3-wire SPI interface, allows LabOSat-01 to receive command lists and to send data packages. LabOSat-01 is either waiting for a new command list (as an idle state) or executing one. There are two types of command lists: Arbitrary Lists (generated on the ground, and then uploaded) and Standard Test Requests (automatically generated by the satellite).

Arbitrary Lists are meant to command custom experiments and/or firmware maintenance chores. The firmware embedded in LabOSat-01 is capable of processing these Arbitrary Lists, which can be put together to perform a wide variety of tasks; e.g., updating/fixing firmware, perform different experiments on the DUTs, ask for telemetry data, run self-integrity tests, etc.

Standard Tests are run, at most, one time a day. The satellite is programmed to send Standard Test Requests periodically to LabOSat-01; if one day has passed since the last Standard Test execution, LabOSat-01 allows the request and executes a new Standard Test. Standard Tests consist of a set of preconfigured experiments and activities that must be sequentially executed.

Among the scheduled activities there are battery voltage measurements, temperature and dosimetry readings, firmware self-integrity checks (using a 16-bit CRC routine), etc. Firmware in LabOSat-01 was tailored to execute different kinds of standard experiments in every type of DUT onboard. The single-bit ReRAM memory banks are characterized by performing I-V curves measurements and endurance tests. xFET transistors are characterized with different families of I-V curves.

4. Devices Under Test

4.1 Single-bit ReRAMs

Tested custom ReRAM devices are tri-layer structures composed of two metallic electrodes divided by a thin film oxide fabricated at our laboratories. The studies are focused on non-stoichiometric titanium oxide (TiO_{2-x}) and manganite $\text{La}_{1/2}\text{Ca}_{2/3}\text{MnO}_3$. The devices' functionality rely on the Resistive Switching phenomenon. When an electric field is applied cross the dielectric it produces mixed filamentary structures formed by vacancies of the oxide cell and metal atoms from the electrodes. This structure reduces the resistance of the dielectric oxide cell, modeled as a dielectric plus a parallel resistance of lower value. In some cases, depending on the applied electric field, the filamentary structure could short circuit the electrodes and leave the device in a very low resistance state.

The switching between different non-volatile resistance values or "states" is exhibited when this filamentary structure is disarmed (or even fused) and formed again. This is accomplished by applying voltage or current pulses of opposite polarity (bipolar Resistive Switching).

4.2 Thin Film Transistors

Into LabOSat-01's xFET module there are ZnO based Thin Film Transistors (TFTs) developed by E. Lopez *et al.* [E. Lopez 2016]. TFTs are three terminal field effect devices with a structure assembled by deposition of different types of thin

films such as gate, gate insulator, semiconductor channel and source-drain contacts onto a substrate.

TFTs operation could be compared with classic MOSFET operation. The threshold voltage concept could be applied to TFTs too and operation regions are the same: cut-off, linear or triode and saturation. The analysis of the current-voltage characteristics of TFTs are similar to those for conventional MOSFETs. The goal is the in-orbit observation of V_{th} shifts in correlation with TID. The main hypothesis is that the film gate oxide (25 nm) will not be able to collect charge so a change in the threshold voltage is unlikely to occur.

To determinate the threshold voltage, the saturation region is taken into account. The drain current, I_D , depends quadratically on the gate-source voltage, V_{GS} . By linearizing, the relationship between I_D and V_{GS} :

$$I_D = k(V_{GS} - V_{th})^2 \quad (2)$$

$$\sqrt{I_D} = \sqrt{k}V_{GS} - \sqrt{k}V_{th} \quad (3)$$

where $\sqrt{k}$ is the slope and $-\sqrt{k}V_{GS}$ the intercept.

5. Results

Presented results in this work are partial results. The experiments are intentioned to last the 3-years mission time. The elapsed time is not significant in order to conclude nothing about DUTs performance in LEO. Although, it is important to remark this preliminary results are useful to improve our development process, both with LabOSat systems and with ReRAM devices.

5.1 Report's chronology

In the present work, collected data between February 3, 2016 and February 28, 2017 is analyzed. The first four reports (listed from 3 to 6) were generated in our labs, in order to test the correct platform functioning before delivering the board for integration into satellite. Reports number 7, 8 and 9 were generated after integration and before launching. In Figure 2,

report's chronology is represented. In brackets report numbers are presented corresponding to each milestone, along with a brief description.

The lift-off took place on May 30, 2016. After four months, on September 7, LabOSat was switched on for the first time in LEO at 498km (average) and tests started to run periodically. Data generated by the platform is downloaded within satellite's telemetry. This information include temperature, GPS coordinates, power supply, Cyclic Redundancy Check (CRC), dosimetry, response of the DUTs.

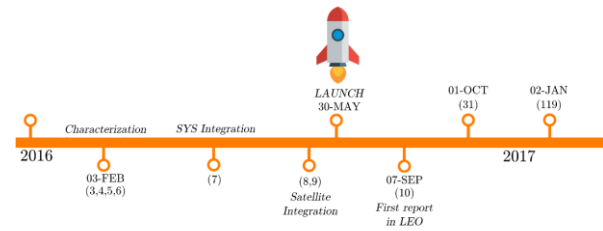


Figure 2. LabOSat's timeline 2016-2017. Milestones (report number).

5.2 Operating conditions

5.2.1 Temperature

Temperature measurements are performed both by LabOSat platform and the satellite. The sensor reports temperature with a resolution of 1°C in range between -50°C and 127°C. Future missions will improve the resolution. Temperature measurements taken before the end of a Standard Test routine is always higher than the temperature at the beginning of it.

Satellite's temperature measurements showed a mean increase of $(5.03 \pm 0.14)^\circ\text{C}$ between values obtained before and after the Standard Test routine. This increase in temperature is explained by the board warming-up due to power consumption and dissipation.

5.2.1 Power Supply

In order to perform corrections of V_{REF} variations in dosimetry module, ReRAM and xFET subsystems, it is essential to know exactly the supply voltage of the platform. The battery

voltage values are plotted against report number in Figure 4. The circled red bullets represent the measurement at the start of the standard test, while the squared blue bullets are the measurements in the middle of the routine.

Large variations between days/reports are due to power cycles of the satellite. Within a test, supply voltage presents small drops which make clear that monitoring this key variable is crucial to perform the mentioned corrections.

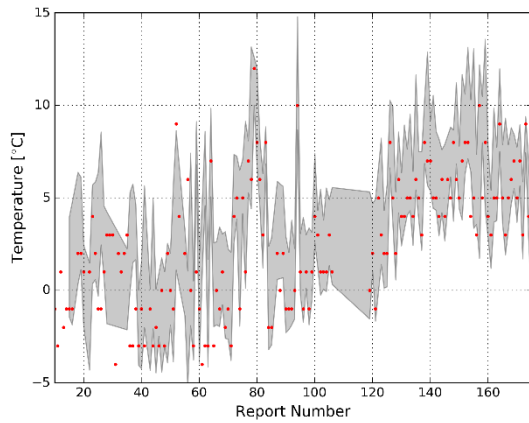


Figure 3. Temperature measurements performed by LabOSat and satellite. Upper bound of the gray area represents temperature after a Standard Test and the lower bound represents the temperatures before the test starts. Red dots: temperature measured by LabOSat.

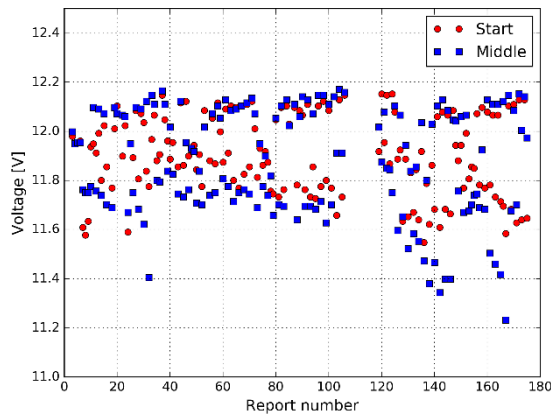


Figure 4. Supply voltage measurements performed by LabOSat.

5.2.1 Dosimetry

According to the simulations of Samwel *et al.*, TID for LEO with a 1.5 mm thick of Al shielding,

which is similar to the environment where LabOSat is working, will be 1 krad/yr at maximum. Assuming a constant dose during a year and considering the sensitivity of each dosimeter is expected that one dosimeter shifts V_{GS} around 48 mV and the other one around 40 mV, for a period of 175 days. These values represent 79 and 66 ADC counts, respectively.

As showed in Equation 1, gate-source voltage measurement is performed indirectly. LabOSat senses the voltage at the gate relative to ground and then subtracts the value of a reference voltage which polarize the source pin. That reference is not independent of V_{DD} . In this way, the variations in the gate source voltage caused by V_{th} shifting for the first days of the mission are masked by the variations of the supply voltage. Furthermore, no clear trend was observed in V_{GS} . It is important to remark that although the pMOS transistor is polarized in the Zero Temperature Coefficient (ZTC) point, V_{GS} measurements were found to be uncorrelated with the temperature (results not showed here).

5.3 Memory devices

In this mission all ReRAM devices were configured to perform current-voltage (I-V) experiments so as to observe if resistive switching parameters were modified by environmental conditions. In first place, no degradation was observed over the current and voltage source. Control devices i.e. fixed resistance loads, allowed us to check that characteristics of sources remain the same as measured at our lab. Secondly, some devices were found to be in high impedance after several I-V loops.

After studying the pinout of damaged devices and the packaging properties like epoxy, wire-bonding and pads material, we concluded that high variations of temperature (T) might cause this failure. In spite of being inside the satellite LabOSat recorded temperature variations (ΔT) of 15°C which could mechanically stress the bonded structure caused by dilation-contraction cycles. Nonetheless, other devices kept switching as shown in Figure 6. Different runs are plotted for

titanium dioxide and manganite ReRAM. The TiO_{2-x} devices presented hysteresis the first 30 days in orbit. After day 31, the issues related with encapsulation of the silicon die produced a permanent damage, which led to high impedance DUTs. The manganite devices continue to exhibit hysteresis and are currently switching between two states. However, switching parameters changed from our lab tests as can be seen in the I-V curves. We attribute this behavior to the intrinsic variations that suffer low endurance ReRAM devices. This effect may not be related to incident radiation because dosimetry does not measure significant TID.

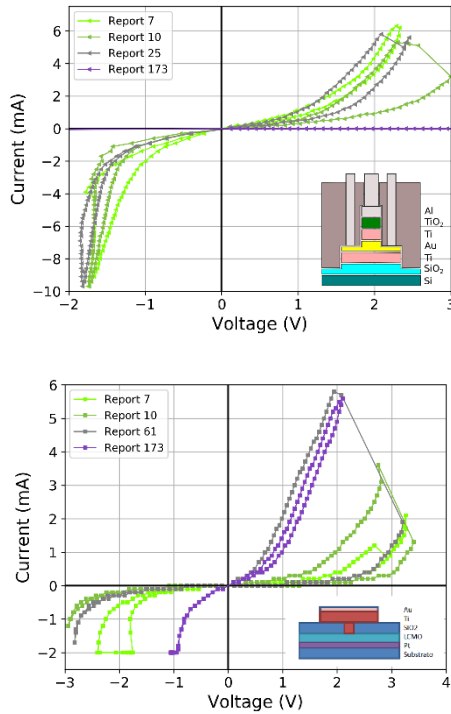


Figure 6. Current-voltage response of ReRAM devices for different days in LEO. Left: titanium dioxide ReRAM. Right: manganite ReRAM.

5.3 TFT devices

The analysis results of the first 175 days indicates that there is no observable V_{th} shifting in the TFT devices. However, taking into account the dosimeters measurements, it is expected that the incident TID does not generate changes in the threshold voltage yet. This is just a partial analysis since it is a 3 years mission. Nevertheless, we

expected that the thin gate oxide will not accumulate electrical charge so V_{th} shifting will not occur.

In Figure 7, the I_D vs. V_{DS} curve for one device is shown for different reports. Also, threshold voltage was calculated from the characteristic output curve using Equations 2 and 3. The time evolution of this parameter does not exhibit a clear pattern, if there was one. Figure 7 shows the histogram of the extracted V_{th} for the same device with an inset of its value as a function of report number.

6. Conclusions

LabOSat has been working in LEO for more than 170 days. Regarding performance, all subsystems are working as expected. On Earth calibration, supply voltage and temperature measurements in orbit allows us to carry out corrections to improve accuracy in DUTs experiments. TID measurements are still inconclusive, but consistent with the expected results, signaling very low radiation levels. ReRAM devices still exhibit hysteresis. Variations of I-V curves are due to the low endurance instead of absorbed dose. It is important to remark that this is a 3-years mission, so the results presented here are partial results.

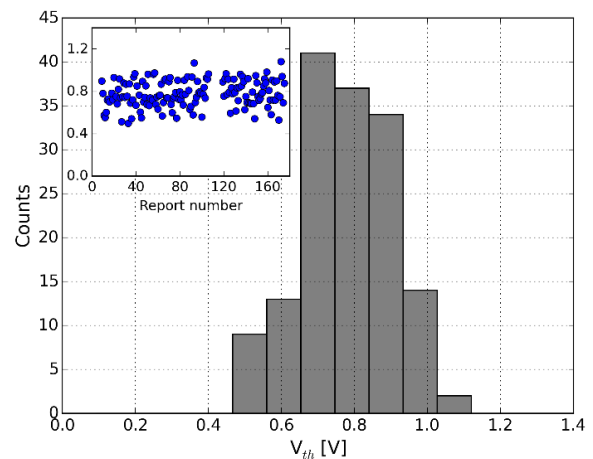


Figure 7. Histogram of the extracted threshold voltage for one device. Inset: time (report number) evolution of this parameter.

6. Acknowledgment

The authors would like to thank to R. Ferreira, E. Paz, W. R. Acevedo and D. Rubí who participated in the fabrication of ReRAM devices; P. Stoliar, L. Hueso and E. Lopez who were involved in fabrication of xFET devices; M. G. Inza who facilitated the dosimeters. The authors acknowledge financial support from ANPCyT PICT 2013-0788 "MeMOSat" and UNSAM-ECyT FP-001.

7. References

- [1] M. Barella, G. A. Sanca, F. Gmez Marlasca, G. Rodriguez, D. Martelliti, L. Abanto, P. Levy, F. Golmar, "LabOSat: Low cost measurements platform designed for hazardous enviroments", Seventh Argentine Conference on Embedded Systems, Buenos Aires, Argentina, 10-12 August, 2016, pp. 1-6.
- [2] "Satellogic", <https://www.satellogic.com>.
- [3] S. M. Guertin, M. Amrbar, and S. Vartanian, "Radiation test results for common cubesat microcontrollers and microprocessors" in Radiation Effects Data Workshop (REDW), 2015 IEEE, July 2015, pp. 19.
- [4] S.W. Samwel, A.A. Hady, J.S. Mikhail, Makram Ibrahim and Y.S. Hanna, "Studying the Total Ionizing Dose and Displacement Damage Dose effects for various orbital trajectories", First Middle East and Africa IAU-Regional Meeting Proceedings MEARIM No. 1, 2008 A. Hady and M.I. Wanas, eds.
- [5] S. W. Samwel and A. A. Hady "Space radiation environment forecast for EGYPTSAT-2 satellite", Space Weather, vol. 7, Article ID S12004, 2009
- [6] D. R. Hughart, A. J. Lohn, P. R. Mickel, S. M. Dalton, P. E. Dodd, M. R. Shaneyfelt, A. I. Silva, E. Bielejec, G. Vizkelethy, M. T. Marshall, M. L. McLain and M. J. Marinella, "A Comparison of the Radiation Response of TaOx and TiO2 Memristors", IEEE Transactions on Nuclear Science, Dec. 2013, pp. 4512-4519.
- [7] Lipovetzky, E. G. Redin, and A. Faigon, Electrically erasable metal-oxide-semiconductor dosimeters, IEEE Transactions on Nuclear Science, vol. 54, no. 4, pp. 1244-1250, Aug 2007.
- [8] M. G. Inza, J. Lipovetzky, E. Redin, S. Carbonetto and A. Faigon, "Stand alone MOS dosimetry system for high dose ionizing radiation" 2009 Argentine School of Micro-Nanoelectronics, Technology and Applications, San Carlos de Bariloche, 2009, pp. 27-30.
- [9] T. R. Oldham and F. B. McLean, "Total ionizing dose effects in MOS oxides and devices," in IEEE Transactions on Nuclear Science, vol. 50, no. 3, pp. 483-499, June 2003.
- [10] "Fabrication and characterization of Double-gate ZnO:N based TFTs", PhD thesis, E. Lopez Corrillero, 2016

COTS MOS Dosimetry on the MeMOSat Board, Results After 2.5 Years in Orbit

José Lipovetzky (1*, 2,3,4), Mariano Garcia-Inza (1,3), Macarena Rodríguez Cañete (1), Gabriel Redin (1), Sebastián Carbonetto (1,3), Martín Echarri (5*), Federico Golmar (3,5,6), Fernando Gomez Marlasca (2), Mariano Barella (2,3,5), Gabriel Sanca (6), Pablo Levy (2,3,6), Adrián Faigón (1,3)

(1) Facultad de Ingeniería, Universidad de Buenos Aires || Paseo Colón 850, Ciudad de Buenos Aires, Argentina ||

Phone +541152850819

(2) Comisión Nacional de Energía Atómica || Bustillo 9500, Centro Atómico Bariloche, Bariloche, Argentina

Phone +54 294 444 5100 x 5349

(3) Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas || (4) Instituto Balseiro, Argentina

Bustillo 9500, Centro Atómico Bariloche, Bariloche, Argentina

(5) Centro de Micro y Nanoelectrónica del Bicentenario - Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Argentina

(6) Escuela de Ciencia y Tecnología, Universidad de San Martín (UNSAM), Argentina

Mails: jose.lipovetzky@ieee.org , fgolmar@inti.gob.ar , magarcia@fi.uba.ar , afaigon@fi.uba.ar

*formerly

This work was supported by CONICET with PIP 2014-2016-GI-Faigón, UBACyT with 20020150200085BA, and ANPCyT with PICT 2014-1812

Abstract: We present the results after 2.5 years in orbit of Total Ionizing Dose (TID) measurements done using Metal Oxide Semiconductor (MOS) dosimeters on the MeMOSat board. The MeMosat board was launched on July 19th 2014 at the BugSat-1 “Tita” microsatellite developed by Satellogic to stay at LEO. We used as dosimeters p-channel Commercial Off The Shelf (COTS) MOS transistors with gate oxides of 250 nm. Before launch, a subset of transistors with similar drain current to voltage (I-V) curves were selected from a group of 100 devices. The temperature dependence of the (I-V) curves was studied to find the minimum temperature coefficient biasing point. Then, a calibration subgroup of sensors was irradiated using a ^{60}Co gamma source to study their response to TID, showing responsivities of ~ 75 mV/krad when the sensors are irradiated without gate bias. Also, the post irradiation response of the sensors was monitored, in order to include a correction for low dose rate irradiations, yielding 30 mV/krad. A biasing and reading circuit was developed in order to allow the reading of up to 4 sensors. The threshold voltage was monitored during different periods of the mission. After 2.5 years in orbit, the threshold voltage of the sensor mounted on the MeMOSat Board had a V_T shift of approximately 35 mV corresponds to a dose of 1.2 krad.

I. Introduction

Metal Oxide Semiconductor (MOS) dosimeters are MOS transistors which allow the quantification of the Total Ionization Dose (TID) through the shift of the Threshold Voltage (V_T) caused by buildup of positive charge in the oxide and the generation of interface traps [1,2]. MOS dosimeters have been used in space applications [3-6] and medical applications [7,8]. To allow high sensitivities, MOS dosimeters are usually manufactured in ad-hoc processes with gate oxides of hundreds of nanometers or even few micrometers, thicker than regular MOS transistors [1-4,7,9]. Since the responsivity to TID is approximately proportional to the oxide thickness t_{ox} [10,11].

However, several works have dealt with the use of Commercial Off The Shelf MOS transistors as MOS dosimeters in medical applications [12] or industrial applications [13,14]. This work proposes the use of a COTS transistor as a low cost sensor for on-board dosimetry in a Cubesat.

II. Devices and initial calibration

The devices used in this work as sensors are COTS p-channel MOS enhancement transistors with a gate oxide thickness of ~ 250 nm. The oxide thickness---not informed by the manufacturer---was estimated using gate tunnel current vs gate oxide voltage characteristics of the sensors during Fowler Nordheim

current injection [13]. The MOS devices are packaged in a TO-72 metal case.

It is known that the responsivity to TID of different MOS dosimeters can have a high dispersion—up to 30%—if are manufactured in different Si wafer [13–14]. This dispersion would introduce errors in the quantification of dose if the devices are not individually calibrated. Thus, initially, a subset of 15 devices from a batch of 100 MOS transistors were selected using as criterion to have similar drain current to gate voltage (I-V) characteristics, i.e. similar V_T and transconductance values. These devices were calibrated.

A. Temperature Dependence

The temperature dependence of the I-V curve of the devices selected for calibration was studied. The I-V curve of MOS dosimeters is affected by two main temperature dependencies, the decrease of V_T and the decrease of the transconductance with temperature. Usually, both effects compensate for a given drain current value, known as Zero Temperature Coefficient (ZTC) current (I_{ZTC}). Usually in MOS dosimetry, this point of the I-V curve is used to measure the V_T shift [4]. Fig. 1 presents the I-V curves measured at four different temperatures from 0°C to 60°C, a temperature wider than the temperature fluctuations expected during the mission. It can be observed that the ZTC point of the curve is at $I_{ZTC}=270\ \mu\text{A}$. However, due to circuital restrictions, the dosimeters were finally biased with a 200 μA drain current to quantify the V_T shift on the board. This introduced a small temperature dependence of the reading as will be seen later.

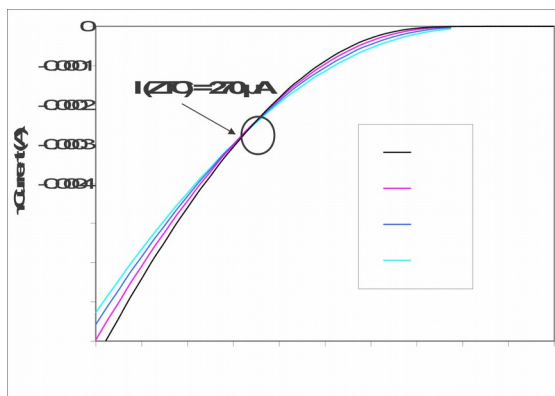


Fig. 1. I-V characteristics of the selected devices.

B. TID Response

The response of the sensors to TID was studied to obtain the responsivity of the sensors. It is known that the responsivity of a MOS dosimeter depends on the gate voltage sustained during the irradiation. Usually, a positive gate voltage will increase the responsivity. However, a constraint imposed by the satellite platform to the board with the dosimeters was that the board would not be powered during most of the time of the mission. This implies that the sensors would be biased during most of the mission time with zero volts between all device terminals.

The response to irradiation of the sensors was done using a ^{60}Co gamma rays source, at a dose rate of $\sim 0.5\text{Gy/min}$ (50rads/min). Some sensors were biased with a gate voltage of zero volts (as would be on the satellite), and others with a gate voltage of 9V. Fig. 2 presents the V_T shift as a function of dose during irradiation up to 1.6 and 1.8 Gy with gate voltages of 9 V and 0 V respectively. The responsivities of the devices were 58mV/Gy and 6.6mV/Gy for 9 V and 0 V bias. Figure 3 shows the shift of the I-V curve after irradiation in a device, showing how a shift in the gate voltage required to apply a given drain current can be used as a dosimetric magnitude.

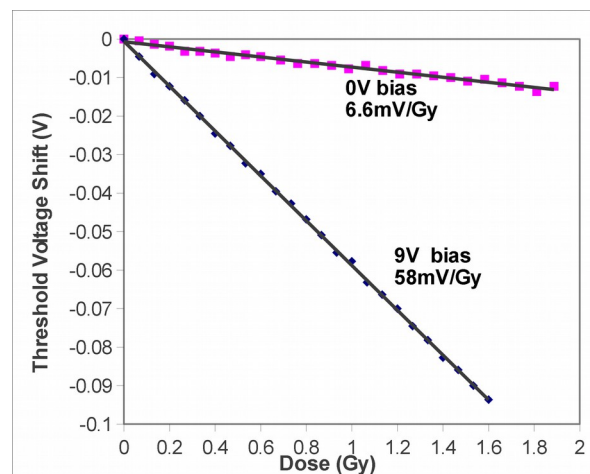


Fig. 2. Response to TID during ^{60}Co irradiation of one sample of MOS dosimeters with 0V and 9V gate bias.

The experiment of Fig. 2 was repeated with an incremental dose of 1.5Gy with zero volts bias to the 15 devices of the set, yielding responsivities from 6.6mV/Gy to 7.5mV/Gy, proving that each device needs an individual calibration despite of having similar initial V_T values. This pre-use irradiation allows the initial calibration of each device.

C. Long Term Annealing.

A difficulty with the use of MOS dosimeters is fading, i.e. the long term recovery of V_T with time, a problem associated to the neutralization of oxide trapped charge via tunneling or thermal excitation of electrons [1-4]. Annealing can introduce errors in the quantification of TID if the sensors are calibrated at a high dose rate and then the dosimetry is carried out at such a low dose rate that annealing causes a significant recovery in V_T , underestimating the absorbed dose. This feature is also known as apparent dose rate dependency of the response of the sensor [4]. It has been reported that the final V_T shift after a short irradiation at a high dose rate followed by long term annealing is approximately similar to the V_T shift obtained after the exposure to the same dose in the same annealing time at a much lower dose rate. To investigate into this, one of the calibrated devices was irradiated with the ^{60}Co source up to 20.3 Gy using a gate bias voltage of 0V before the launch of the satellite. The device was kept on Earth during the mission time with all terminals grounded, to evaluate the recovery of V_T after the mission time. Figure 3 shows the I-V curves of the fresh MOS sensor, after irradiation and after 2.5 years of annealing. Initially, V_T shifts -152 mV. But then, after anneal, V_T recovers 92 mV, a 60%. Thus, the final after anneal V_T shift happens to be 60 mV, meaning that the real low dose rate sensitivity of the dosimeter is only 3.0 mV/Gy. This is an important result, since the irradiation in space will be performed in a scale time of years instead of minutes.

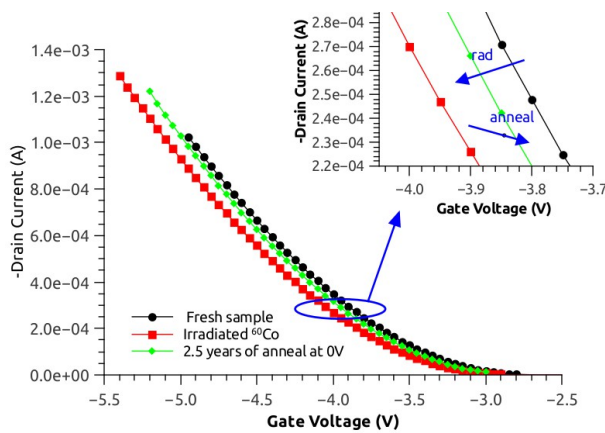


Fig. 3, change in I-V curves after a 20.3Gy (2.03 krad) irradiation with 0 V gate bias and the recovery after 2.5 years.

III. Memosat Board and Reading Circuit

Two COTS MOS transistors were used as sensor was mounted on the MeMOSat-01 board, which was part of the payload of the BugSat-1, a microsatellite developed by Argentine company Satellogic [15], launched from the Dombarovsky air base (Russia) in June 19th, 2014. The BugSat-1 is on a LEO orbit with 620 km of altitude and an inclination of 97.9 degrees and weights 22 kg.

MeMOSat-xx is a reconfigurable platform for testing ReRAM nonvolatile memories in the satellite environment. The first launched board, MeMOSat-01 was designed to perform target specific tests on two ReRAM HfO_2 , generating reports including experimental and system parameters, reported periodically to Earth via interaction with the satellite. MeMOSat-xx was the first step of LabOSat, a comprehensive project to perform experiments in space. The MeMOSat-01 board is mounted close to the center of the Bugsat-1 satellite, surrounded by a large amount of mass in most directions.

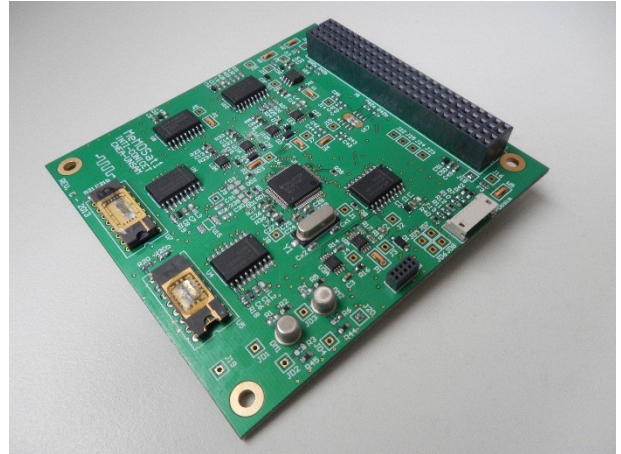


Fig. 4. The MemoSat board before mounting the MOS dosimeter.

The sensors are mounted on the bottom corner of the board.

The circuit designed to read V_T shifts of the sensor was designed taking in account that the platform of the satellite would not provide power during most of the time. Moreover, since the main objective of the mission is to test the satellite itself, the MeMOSat board would be turned on only during short intervals, during specific periods of time. Thus, the circuit had to ensure that the sensor would have all the time the zero volts gate bias, except for very short reading times in which the reading drain current (I_{READ}) would be applied to measure the V_T shift. Also, to be

satellite mass of 22 kg distributed around the sensor would explain the low dose rate measured on the board. Unfortunately, proprietary information of the satellite manufacturer could not be disclosed to us to make a more complete analysis based on Monte Carlo simulations.

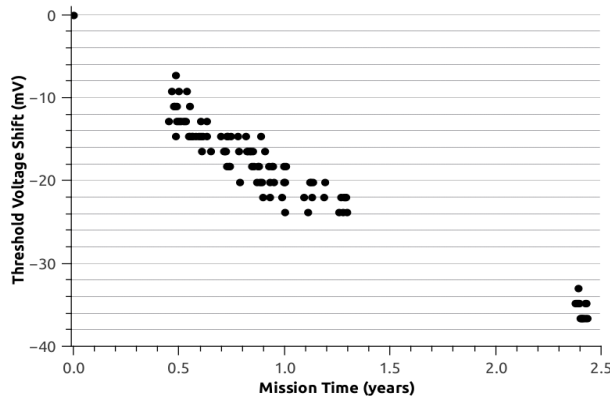


Fig. 6. Threshold Voltage Shift as a function of time for the dosimeter on the MeMOSat board.

V. Conclusions and future work

The work presents the design and realization of MOS dosimetry on the MeMOSat board, mounted on the BugSat-1 satellite, on a 620 km low earth orbit. The sensors used in this work were COTS MOS transistors, proving the feasibility of using such devices in low cost experiments. The dose measured on the board after 2.5 years is ~ 1.2 krad, a value compatible with the fact that the board was protected by the mass of the rest of the satellite from most of the high energy particles in the space environment.

The work is being continued, and the MeMOSat board has been replaced by a more complex experiment named LabOSat [20]. During the past years, the FOXFET, a new thick gate oxide MOS dosimeter was developed and tested in different applications [9]. The FOXFET proved to have lower fading and a much higher sensitivity, and will replace the COTS sensors used in this work. However, low cost academic CubeSat projects might use COTS MOS transistors as an effective way to estimate dose and perform experiments in orbit. The use of different sensors in different positions of the satellite to evaluate the relative dose rates observed after different shielding thicknesses. Also the long term fading needs to be taken in account for a reliable determination of the real dose in the experiment.

References:

- [1] Andrew Holmes-Siedle, The space-charge dosimeter: General principles of a new method of radiation detection, *Nuclear Instruments and Methods*, Volume 121, Issue 1, 1 October 1974, Pages 169-179, ISSN 0029-554X, DOI: 10.1016/0029-554X(74)90153-0.
- [2] Holmes-Siedle, A. and Adams, L. RADFET: a review of the use of metal-oxide-silicon devices as integrating dosimeters, *International Journal of Radiation Applications & Instrumentation. Part C, Radiation Physics & Chemistry*, Vol. 28 No. 2, pp. 235–244, 1986.
- [3] Adams, Leonard; Holmes-Siedle, Andrew, "The Development of an MOS Dosimetry Unit for Use in Space," *Nuclear Science, IEEE Transactions on*, vol.25, no.6, pp.1607-1612, Dec. 1978
- [4] Holmes-Siedle, A.; Ravotti, F.; Glaser, M., "The Dosimetric Performance of RADFETs in Radiation Test Beams," *Radiation Effects Data Workshop*, 2007 IEEE, vol.0, no., pp.42-57, 23-27 July 2007
- [5] Andrew Holmes-Siedle, The space-charge dosimeter: General principles of a new method of radiation detection, *Nuclear Instruments and Methods*, Volume 121, Issue 1, 1 October 1974, Pages 169-179, ISSN 0029-554X, DOI: 10.1016/0029-554X(74)90153-0.
- [6] MacKay, G.F.; Thomson, I.; Ng, A.; Sultan, N., "Applications of MOSFET dosimeters on MIR and BION satellites," *Nuclear Science, IEEE Transactions on*, vol.44, no.6, pp.2048-2051, Dec 1997
- [7] Rosenfeld, A.B.; Lerch, M.L.F.; Kron, T.; Brauer-Krisch, E.; Bravin, A.; Holmes-Siedle, A.; Allen, B.J., "Feasibility study of online high-spatial-resolution MOSFET dosimetry in static and pulsed x-ray radiation fields," *Nuclear Science, IEEE Transactions on*, vol.48, no.6, pp.2061-2068, Dec 2001
- [8] Rosenfeld, A.B. "Electronic dosimetry in radiation therapy", *Rad. Meas.* 41 pp 134-153, 2006.
- [9] J. Lipovetzky, M.A. Garcia Inza, S. Carbonetto, M.J. Carra, E. Redin, L. Sambuco Salomone, A. Faigon, "Field Oxide n-channel MOS Dosimeters Fabricated in CMOS Processes.", *IEEE Transactions on Nuclear Science*, may 2013.
- [10] Oldham, T.R. "Ionizing radiation effects in MOS oxides", World Scientific Pub Co Inc, 1999.
- [11] Holmes-Siedle, A.G. and Adams, L., "Handbook of radiation effects, 2002, Oxford University Press, USA.
- [12] L.J. Asensio, M.A. Carvajal, J.A. Lopez-Villanueva, M. Vilches, A.M. Lallena, A.J. Palma, Evaluation of a low-cost commercial mosfet as radiation dosimeter, *Sensors and Actuators A: Physical*, Volume 125, Issue 2, 10 January 2006, Pages 288-295, 2006
- [13] Lipovetzky, J.; Redin, E.G.; Faigon, A.; "Electrically Erasable Metal-Oxide-Semiconductor Dosimeters"

- IEEE Transactions on Nuclear Science, Volume 54, Issue 4, Part 3, Aug. 2007 Page(s):1244 – 1250
- [14] Faigon, A.; Lipovetzky, J.; Redin, E.; Kruszenski, G.; "Extension of the Measurement Range of MOS Dosimeters Using Radiation Induced Charge Neutralization" IEEE Trans. on Nuclear Science, Volume 55, Issue 4, Part 1, Aug. 2008 Page(s):2141- 2147
- [15] www.satellologic.com
- [16] Falguere, D.; Boscher, D.; Nuns, T.; Duzellier, S.; Bourdarie, S.; Ecoffet, R.; Barde, S.; Cueto, J.; Alonzo, C.; Hoffman, C., "In-flight observations of the radiation environment and its effects on devices in the SAC-C polar orbit," Nuclear Science, IEEE Transactions on , vol.49, no.6, pp.2782,2787, Dec 2002
- [17] Jaksic, A.; Ristic, G.; Pejovic, M.; Mohammadzadeh, A.; Lane, W., "Characterisation of radiation response of 400 nm implanted gate oxide RADFETs," Microelectronics, 2002. MIEL 2002. 23rd International Conference on , vol.2, no., pp.727-730, 2002
- [18] Ristić, G. and Goluboviv, S. and Pejović, M. "Sensitivity and fading of pMOS dosimeters with thick gate oxide", Sensors & Actuators: A. Physical, Vol. , NO. 2-3, pp.153—158, 1996.
- [19] Holmes-Siedle, A. G., Goldsten, J. O., Maurer, R. H., & Peplowski, P. N. (2014). RADFET dosimeters in the belt: The Van Allen Probes on day 365. IEEE Transactions on Nuclear Science, 61(2), 948-954.
- [20] "LabOSat: Low cost measurement platform designed for hazardous environments", M. Barella , G. Sanca, F. Gomez Marlasca, G. Rodriguez, D. Martelliti, L. Abanto, P. Levy, F. Golmar, Proceedings of the 2016 Seventh Argentine Symposium and Conference on Embedded Systems (CASE): ISBN: 978-987-45523-9-6 Printed IEEE CATALOG: CFP1646V-PRT IEEE XPLORE: CFP1646V-ART(2016).

Studying RRAM devices at Low Earth Orbits using the LabOSat system

M. Barella^{a,b,*}, G. Sanca^c, F. Gómez Marlasca^d, W. Acevedo Stevens^{d,b}, D. Rubí^{d,b}, M. A. García Inza^{e,b}, P. Levy^{d,c,b}, F. Golmar^{a,c,b}

^a*Centro de Micro y Nanotecnología, INTI, Av. Gral. Paz 5445, Ed. 42, B1650JKA, San Martín, Bs. As., Argentina*

^b*Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Godoy Cruz 2290, C1425FQB, CABA, Argentina*

^c*Escuela de Ciencia y Tecnología, UNSAM, Martín de Irigoyen 3100, B1650JKA, San Martín, Bs. As., Argentina*

^d*Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA), Av. Del Libertador 8250, C1429BNP, Argentina*

^e*Laboratorio de Física de Dispositivos, Facultad de Ingeniería, UBA, Av. Paseo Colón 850, 2° piso, C1063ACV, CABA, Argentina*

Abstract

LabOSat (acronym for “Laboratory On a Satellite”) is an universal electronic system aimed to perform radiation damage experiments in harsh environments. LabOSat was specifically designed for electrically testing and ulterior validation of either custom or commercial electronic devices at Low Earth Orbits (LEO). The system was part of the payload of small satellites developed by the argentinian company Satellogic. A brief description of LabOSat system is presented, and details of its validation both at LEO and at the RA6 nuclear research reactor are discussed. The electrical characterization of custom non-volatile memory devices (RRAM technology) based on TiO_2 and $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ hosted at LabOSat at LEO is analyzed, including a comparison with data measured at Earth.

Keywords: Low Earth Orbit, Resistive Switching, instrumentation system, radiation environment, satellite payload, COTS components

*Corresponding author

Email address: mbarella@inti.gov.ar (M. Barella)

1. Introduction

Doing experiments in space implies that typical lab conditions are not guaranteed. Several surrounding parameters vary unexpectedly. Temperature variations, electrical noise and remote sensing with data download with limited bandwidth are some of the features that should be considered when designing an experiment in space. Moreover, that kind of experiments involve low pressure and the presence of ionizing radiation and reactive gases like atomic oxygen [1, 2, 3, 4]. Instruments should be designed taking into account the trajectory and the duration of the mission. Charged particles in the form of galactic cosmic rays, trapped protons and electrons, particles emitted by the sun during solar flares and coronal mass ejections constantly impinge on the spacecraft. The more energetic these particles are, the more they penetrate inside the spacecraft. Furthermore, they can interact with the distributed mass of the spacecraft producing secondary particles in the process. Those charged particles cause Single Event Effects (SEE) and Total Ionizing Dose (TID) effects which in some cases lead to permanent damage on semiconductor devices. Usually, mitigation of SEE is accomplished by using radhard components, hardware redundancy, and reconfigurable systems like FPGA. As transistor pitch is being reduced with downscaling and technology used in space applications has been migrating from LOCOS (Local Oxidation of Silicon) or STI (Shallow-Trench Isolation [5]) to SOI (Silicon On Insulator [6, 7]), TID is only a main concern in case of lengthly deep-space missions where high reliability is needed and older ICs, with thick gate oxide, are used. Furthermore, aluminum is commonly used in radiation environments to work as shield to reduce the impact of energetic radiation, dust and micrometeorites [8, 9, 10].

During the last decade much effort has been made in developing and building small satellites for Low Earth Orbits (LEO) [11, 12, 13, 14]. Such satellites would perform different tasks according to the objectives of the mission like proof of concept, system validation, biological experiments, ground observation, communication applications, and the list continues. The preferred spacecraft class for those kind of missions is a n U CubeSat, a small satellite composed by n units or cubes that host the electronic systems needed for power management, communication, image acquisition, attitude control and other tasks. In this picture, development of application-specific systems is required to perform experiments on board micro or nanosatellites. Therefore, we designed a Laboratory On a Satellite named LabOSat [15].

LabOSat is a characterization system aimed to work under hostile conditions such as high and low temperatures, low pressure and high radiation environments. The actual version of LabOSat has the purpose of testing custom-made devices or commercial off-the-shelf components (COTS) on harsh environments like outer space, nuclear reactors or under radiation fields. Currently, the system is being used to characterize Resistive Random Access Memory (RRAM) cells at LEO inside a microsatellite [16].

In this work, we present the results of tests on the LabOSat system under radiation environments. After that, we use the system to perform experiments in such environments. In the first place, we present the results of a 3-years mission at LEO. Next, we show the results of an experiment under neutron radiation with thermal and epithermal fields, including low gamma radiation. Finally, we present and discuss the experiments over specific devices controlled by LabOSat involving electrical characterization of custom electronic devices at LEO for a 1-year-and-a-half period.

1.1. Description of the LabOSat system

The system is divided into several blocks that play different roles when testing. In Figure 1 we show a simple scheme of the system. The communication and experiment modules are commanded by an ultra-low-power microcontroller MSP430F1612 of Texas Instruments. The MCU was tested by other authors [17] and used by our group in previous missions including other ICs like operational amplifiers (Section 1.2). Those works served us to validate those components for 3-years shielded LEO missions.

LabOSat system is designed to work as a Source-Measure Unit (SMU), a common type of instrument used to characterize semiconductor devices in research and development laboratories. Because of that it has a 2-terminal block which is focused on experiments on custom made RRAM devices, an emerging technology based on the Resistive Switching phenomenon on metal-oxide-metal capacitor like devices (2-t block). Also, the system has other block for 3-terminal specifically designed to test either commercial or custom made transistors (3-t block). Furthermore, the system has a dosimetry module for sensing TID using solid-state dosimeters. By means of gate-to-source voltage shift of pMOS transistors (dosimeters) we can infer absorbed dose using a previous calibration [18, 19].

Coupled with those subsystems, LabOSat owns a Source Unit, a module that holds voltage and current sources to force Devices Under Test (DUTs). In addition, the system has an addressing module which selects the source and

1.2. Performance of LabOSat at Low Earth Orbits

An earlier version of LabOSat, called MeMOSat, is operating inside the microsatellite BugSat-1 (COSPAR ID 2014-033E) operated by Satellogic company [21] since June 2014. In this mission, the system's core is an MSP430F169 microcontroller, and most subsystems were bequeathed to LabOSat system because of the excellent results we have obtained already. Nowadays, this system is still working and executing Standard Tests once a day, demonstrating an excellent performance after more than 3-years operation. At a mean height of 600 km in a sun-synchronous orbit, the predecessor of LabOSat absorbed 12 Gy(Si) of TID as measured by solid-state dosimeters over a period of 2.34 years of operation [22]. The received dose implies a flux of approximately 4.8 Gy/yr. Considering the shielding of BugSat-1 which comprises 10 mm thick aluminum foam and comparing the absorbed dose with simulations, our dosimetry information is quite reliable. Simulation for BugSat-1 TID was made using the Space Environment Information System (SPENVIS) developed by the European Space Agency and available online via <http://www.spenvis.oma.be> [23]. To simulate the absorbed dose by MeMOSat we used an spherical aluminum shield and considered maximum solar activity [24]. Trapped electrons, bremsstrahlung photons, trapped protons and solar protons contributed to ionizing dose calculated using SHIELDOSE-2 code [25]. Although energetic particles fluxes vary with epoch and solar activity, other authors reported comparable dose for different LEOs [3, 2, 26]. This information is shown in Table 1. The data reported by Suparta *et al.* [2] was extrapolated using an hyperbolic function to obtain the desired thickness of shielding. Note that Holmes-Siedle *et al.* [26] reported 60 Gy/yr for Van Allen Probes A and B in elliptical trajectories that go from LEO to GEO (Geosynchronous Equatorial Orbit).

1.3. Performance of LabOSat under neutron radiation

The system passed successfully a preliminar nuclear radiation test. The system was exposed to a mixed field of neutron and gamma rays available at the Neutron Imaging facility of the RA-6 open-pool-type nuclear research reactor in Bariloche, Argentina. The reactor operated at 500 kW, giving a constant flux of 0.8 Gy/h of gamma radiation, 2.54×10^6 /cm²s thermal neutrons and 6.40×10^3 /cm²s epithermal neutrons for 5 h. The total dose received by the system in this experiment is equivalent to 1-year mission at LEO with 10 mm of Al shielding as discussed before (Section 1.2). During this test, LabOSat continuously executed Standard Tests.

Source	Orbit	Inc	Perigee [km]	Apogee [km]	Shield [mm]	TID [Gy/yr]
MeMOSat	SSO LEO	98.0°	567.9	612.4	10	4.8
Simulated	SSO LEO	98.0°	567.9	612.4	10	2.9
Samwel	LEO	28.40°	597	618	10	2.2
Samwel	Polar LEO	98.50°	724.7	839.3	10	5.8
Holmes-Siedle	elliptical	10°	600	30600	9	60
Suparta	NEqO LEO	8.98°	660	684	10	0.8

Table 1: Total Ionizing Dose for different Low Earth Orbits. “Simulated” accounts for the simulation using SPENVIS for MeMOSat mission. Inc: orbit’s inclination. SSO: sun-synchronous orbit. NEqO: near-equatorial orbit. In all cases, shielding was aluminum. References for other authors are Samwel *et al.* [3], Holmes-Siedle *et al.* [26] and Suparta *et al.* [2].

128 The results of this experiment were promising: during test no CRC er-
129 rors were found for the 49 kB memory block that holds the firmware. The
130 temperature sensor did not show any bad readings and returned consistent
131 values with room temperature. Supply voltage was provided with an external
132 DC power supply and no variations were observed when LabOSat sensed it.
133 The Source Measure Unit performed well during the experiment. All check
134 routines for sources were successfully attained.

135 A second test was performed but with higher neutron flux. This time the
136 system was exposed to mainly thermal (~ 25 meV) and epithermal (< 400
137 meV) neutrons for 5 h. Irradiation took place at the BNCT facility of the
138 same nuclear reactor while operated at 500 kW. Copper-gold beads were
139 distributed along the LabOSat’s board to estimate the total fluence. The
140 integrated thermal neutron flux was $(4.80 \pm 0.19) \times 10^8$ n/cm²s while the inte-
141 grated epithermal neutron flux was $(2.11 \pm 0.21) \times 10^8$ n/cm²s.

142 LabOSat accomplished consecutive standard routines for approximately
143 2 h. At that time, two of the five ADG5413 switches of the addressing
144 subsystem failed. Delayed gamma and beta-ray neutron activation analysis
145 (DGNA) revealed the presence of activated gold, copper and bromium in-
146 side the board. This means that, during irradiation, thermal neutrons were
147 absorbed by the system and the decays of activated elements, either β or
148 γ decays, interacted with every component LabOSat has. Particularly, the
149 switches that failed accept supply voltages up to 44 V, meaning that gate
150 oxides within the IC are thick enough (~ 400 μ m) to stop ionizing radiation

151 and built-up charge at interface traps or volume traps. This trapped charge
152 was observed as a high on-resistance in the CMOS channels of LabOSat's
153 switches. The outcome was a critical failure in the addressing subsystem.

154 The results obtained in all tests imply that LabOSat can undergo properly
155 through neutron fluences of $3.47 \times 10^{12} \text{ n}_{\text{th}}/\text{cm}^2$, $1.52 \times 10^{12} \text{ n}_{\text{epi}}/\text{cm}^2$ and that
156 the system can stand 12 Gy of ionizing radiation without malfunctions on
157 its modules. To increase these ranges, switches must be replaced by other
158 COTS ICs having thinner gate oxides.

159 2. Testing devices in harsh environments

160 LabOSat was used to characterize custom resistive non-volatile RRAM
161 devices at a LEO environment. Single-bit RRAMs were tri-layer structures
162 composed of two metallic electrodes separated by an oxide thin film fabri-
163 cated at our laboratories. The studies are focused on titanium dioxide with a
164 Al/TiO₂/Ti/Au stack and manganite LCMO with a Ti/La_{1/3}Ca_{2/3}MnO₃/Pt
165 stack. For further details in the fabrication process and integration to La-
166 bOSat system refer to [Appendix A](#).

167 In the following, we show the results of 402 days of a 3-years (expected
168 life) mission at LEO. In that experiment, we are testing TiO₂-based and
169 manganite RRAM cells performing current-voltage curves while monitoring
170 surrounding conditions like temperature, absorbed dose and power supply.

171 LabOSat system was integrated into ÑuSat-1 and ÑuSat-2 microsatellites
172 by Satellogic. The satellites were launched from Taiyuan Satellite Launch
173 Center in China by May 2016, COSPAR ID 2016-033B and 2016-033C, re-
174 spectively. After being 100 days in orbit, the systems were turned on for the
175 first time in september 2016. Since then our instrument on board ÑuSat-1
176 has been executing daily Standard Tests. The routine is executed once a day
177 for around 20 minutes. Then, LabOSat is powered down until the next day.
178 Up to the present time, the system passed all the integrity checks indicating
179 no bit-flips and no firmware corruption.

180 2.1. Results and discussion

181 In Figure [2a](#) we can observe the average operating temperature per day
182 as a function of time as measured by LabOSat. Data was smoothed off with
183 Savitzky-Golay filter using third order polynomials with a 15-point window's
184 size. In contrast to other applications of LabOSat, at LEO, the environmental

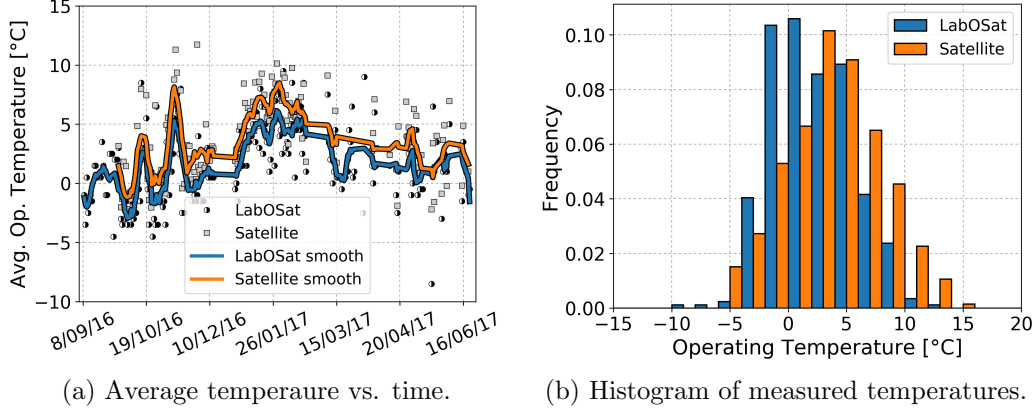


Figure 2: Thermal telemetry of LabOSat's mission on board Ñusat-1 satellite. Data was recorded between September 7, 2016 and July 7, 2017. (b) LabOSat's sample size: 434. Satellite sample size: 330.

185 conditions of vacuum and radiation of the sun-synchronous orbit led to peak-
 186 to-peak variations of 6 °C within a month and a slow variation over the year.

187
 188 The histogram of operating temperatures, Figure 2b, allows to see clearly
 189 the range of temperatures where LabOSat is operating during the mission.
 190 Also, the temperature of the satellite's system that host LabOSat is shown.
 191 A little bias can be observed between both data groups. Taking into account
 192 the nominal accuracy of both sensors (± 3 °C), measurements' confidence
 193 intervals overlap with each other with an 80% of probability. Nevertheless,
 194 as this small difference is systematic, it could be related to the fact that
 195 sensors were not calibrated together.

196 Supply voltage (supplied by the satellite's power system) was found to
 197 be between 11.5 V and 12.5 V in the reported period. Despite variations
 198 that depend on power demand of all satellite's systems its value fluctuated
 199 around the voltage supplied with a figure of noise of 100 mV. This infor-
 200 mation together with temperature serve us to make corrections of on-board
 201 experiments and estimate the uncertainties of measured quantities.

202 Regarding TID, we performed a simulation of the received dose by ÑuSat-
 203 1 using SPENVIS tool. The models and shielding geometries for the simu-
 204 lation were the same we used in Section 1.2 for the BugSat-1 mission. The
 205 only difference was solar activity. According to the National Oceanic and At-

206 mospheric Administration (NOAA) a solar minimum occurred the last year,
 207 2016, hence low solar activity and a quiet magnetosphere were imposed for
 208 the calculation of the solar particle fluence. The result was 33 Gy/yr for
 209 1.6 mm of Al shielding which is the nominal shielding informed by the satel-
 210 lite’s manufacturer. Compared with the results reported in Section 1.2, the
 211 simulated dose is higher due to the thinner shielding.

212 On the other hand, results from dosimetry module pointed out that no
 213 significant ionizing dose has been absorbed during the reported period of 402
 214 days. The precision of the module has been reduced due to the fact that the
 215 reading configuration of the solid-state dosimeters depends on the satellite’s
 216 power supply line. After the satellite became more operational, the line
 217 became unexpectedly noisy causing a degradation of the method’s precision.
 218 Consequently, the received low-dose in the 402 days that we are reporting is
 219 within the range of the measurement’s error, ~ 3 Gy. This result is lower than
 220 expected and is equivalent to 9 mm thick aluminum shielding which could
 221 arose from the neighboring electronics and other satellite’s components. To
 222 overcome the low-dose screening effect, future versions of LabOSat would
 223 include steady DC voltage references, multi-reading techniques and low-dose
 224 as well as high-dose dosimetry modules.

225 The results of experiments over RRAM cells at LEO can be qualitatively
 226 compared with similar devices tested on Earth even if they were measured
 227 under different conditions. In Figure 3a we show several current-voltage, I - V ,
 228 curves for a TiO_2 RRAM cell measured at our laboratory (see Appendix A
 229 for more details). The device exhibits a pinched hysteresis switching between
 230 a High Resistance State (HRS) and a Low Resistance State (LRS). During
 231 the SET transition, i.e. the switch from a HRS to a LRS, the device is
 232 forced with current in order to control power dissipation and thus, avoid
 233 irreversible changes. This happens at the first quadrant at 1.3 V and 8 mA,
 234 sweep 1. To meet the same criterion, during the LRS to HRS switch or
 235 RESET transition, the device is driven with the voltage source at the third
 236 quadrant. The switching occurs at 1.5 V and 9 mA at sweep 3. The device
 237 commutates between LRS and HRS for ~ 40 cycles. The evolution of the
 238 resistance states of the device for each cycle can be found in the inset of the
 239 Figure 3a. After each transition (sweeps 1 & 2 and 3 & 4), the resistance
 240 state of the device is measured by sourcing $1 \mu\text{A}$.

241 Various works describe resistive switching mechanisms in titanium oxide
 242 cells [27, 28, 29]. In essence, the samples used in this work exhibit bipo-
 243 lar switching characteristics. The active electrode, i.e. the bottom Ti/Au

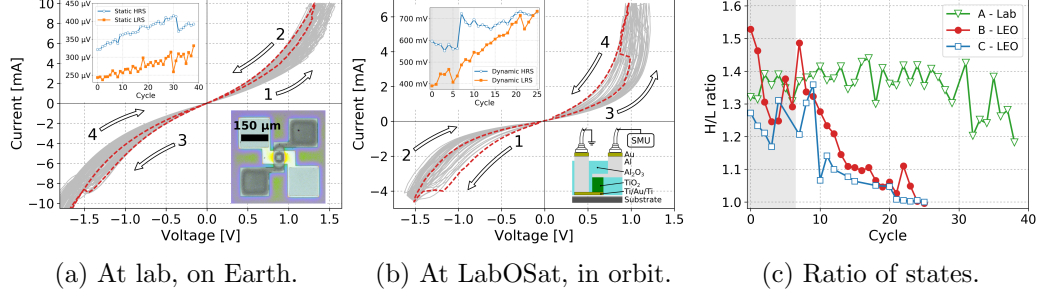


Figure 3: (a) Typical I - V pinched hysteresis curves of a TiO_2 RRAM cell measured at our laboratory. Upper left inset: Voltage measured at $1 \mu\text{A}$ after performing the positive ramp (Static LRS) and after the negative ramp (Static HRS). Lower right inset: top view of the device acquired with an optical microscope; (b) Several cycles of a titanium oxide RRAM cell at LEO and first curve acquired with LabOSat before integration to the satellite (dashed red). The following curves (gray) repeat the cycle with a drift to a HRS as can be seen at the upper left inset. Upper left inset: Voltage measured while sourcing 1 mA . Shaded area indicates measurements before launch into orbit. First states after that area are measured after 100 days at LEO. Lower right inset: cross-section of the cell; (c) Comparison of high to low resistance ratio of cells at LEO and at our laboratory. Devices at LEO tend to ~ 1 after a few number of cycles with a fast trend while devices measured at Earth tend to ~ 1 with a slower trend. Shaded area indicates ratios measured before launch. A: device of (a), B: device of (b) and C: similar device as B, same package.

contact forms a Schottky-like barrier with the TiO_2 giving a non-linear conduction in the HRS and LRS regimes. By applying a positive voltage over the Al top electrode with the Au bottom electrode grounded, oxygen vacancies from the TiO_2 bulk move toward the $\text{TiO}_2/\text{Ti}/\text{Au}$ interface making the oxide n-type conducting TiO_{2-x} near the bottom electrode and collapsing the Schottky-like barrier. As a result the overall resistance of the cell is reduced. Reversing the polarity on the top electrode cause oxygen vacancies to move back to the bulk region as they are repelled from (attracted to) the bottom electrode (top electrode). This process recovers the barrier height and turns the resistance of the cell high.

Obtained data is in agreement with resistive switching of titanium oxide RRAM cells measured at LEO. Figure 3b shows several cycles for one device measured using LabOSat (gray curves). After integration to the satellite and before launch, the behaviour of the device was recorded by LabOSat (red dashed curve). The device is controlled with a current pulsed ramp up to 6.8 mA as positive electrical stimulus to cause the SET transition, and

260 voltage pulses down to -1.8 V are applied in the negative ramp to produce a
261 RESET.

262 Again, we can observe the evolution of the resistance states of the device
263 by measuring the voltage across the cell while the device is driven with 1 mA.
264 As can be seen from the upper left inset of Figure 3b, after a few number of
265 cycles both states met at a high resistance value.

266 After satellite's launch and first run at LEO, the device retained the state
267 for more than 100 days at LEO environment. Then, a single I - V curve was
268 acquired at LEO every day. While on Earth the whole sequence of I - V curves
269 was executed within minutes.

270 From both experiments, in orbit and on Earth, it's easy to calculate the
271 ratio between the HRS and the LRS. As can be seen from Figure 3c, after
272 the first cycle at LEO, the H/L ratio of RRAM cells abruptly decrease to ~ 1
273 after 19 cycles. Note that this behavior was also observed in another device
274 at LEO (curve C). In constrast, the device measured at our laboratory tends
275 to ~ 1 with a slow trend. Despite of the low ratio the devices present, the
276 surrounding conditions at LEO such as temperature variations and low-dose
277 radiation could cause an accelerated degradation leading to a lower endurance
278 of the device in comparison to what is observed on similar devices on Earth.

279
280 Measurements on LCMO devices at LEO were also qualitatively com-
281 pared with measured data on Earth. Current-voltage curves were measured
282 by grounding the Pt bottom electrode and applying stimulus to the top elec-
283 trode. Figure 4a shows 30 consecutive I - V curves recorded at our laboratory.
284 Initially, the devices are in a HRS. Upon the application of negative stimulus,
285 a SET transition is found at ~ -2 V. The RESET transition is found for posi-
286 tive stimulus, at ~ 3 -4 V. The resistive switching mechanism is related to the
287 oxidation and reduction of a thin TiO_x layer naturally formed at the inter-
288 face between LCMO and Ti [30]. Upon the application of positive stimulus,
289 oxygen ions move from the LCMO layer to the TiO_x layer, the latter becomes
290 more stoichiometric and increases its resistance. The inverse process is found
291 for negative stimulus. We have found that during the operation of the de-
292 vice, at some point a second forming is triggered (orange dashed curve in
293 4a), which inverts the circulation of the I - V curve, the SET (RESET) taking
294 place for positive (negative) stimulus. This is shown in Figure 4b. According
295 to Herpers [31], this second forming takes place when the TiO_x layer is fully
296 oxidized ($x \sim 2$), and is related to the formation of an oxygen vacancies
297 filament in this layer. The resistive switching in this regime is linked to the

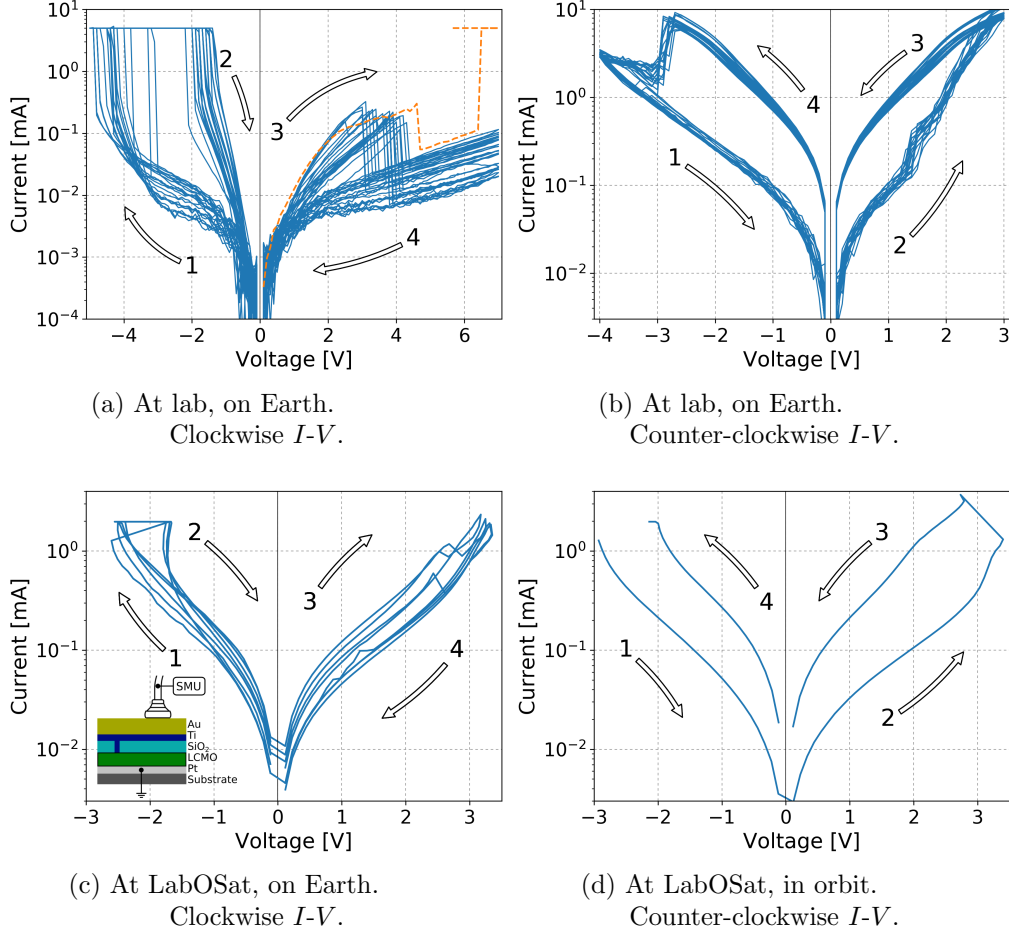


Figure 4: (a) Consecutive cycles of manganite RRAM cell measured under laboratory conditions with a comercial SMU; (b) Consecutive cycles after second forming (orange dashed curve in (a)). The switching mechanism changed after second forming and the evolution of the device is opposite than before (direction of the curve is now inverted); (c) Consecutive cycles of a manganite RRAM cell inside LabOSat. Inset: cross-section of the device; (d) I - V curves recorded after 100 days at LEO. The direction of the curve indicates that second forming has occurred. Sweep 4 is measured after one day showing the retention of the state.

298 disruption and reformation of this filament. Figure 4c shows I - V curves of
 299 a similar device recorded using LabOSat in our laboratory. The equivalence
 300 with Figure 4a is evident. A typical I - V curve received after 100 days at
 301 LEO is displayed in Figure 4d and compares with Figure 4b, indicating that
 302 the second forming was triggered during the reported period.

303 Although LabOSat is still gathering information about LCMO-based de-
 304 vices in orbit, after a year and a half some of these RRAM devices went
 305 to a high resistance state. If a device became open or its impedance went
 306 too high, LabOSat's SMU is not capable of applying power to force such
 307 high loads. The same happened to some TiO_2 cells. After switching these
 308 between HR and LR states for more than 30 cycles, the measured resistance
 309 values unpredictably raised to near open-circuit values. This feature was also
 310 noticed in a wire-bond short-circuit dummy device. What happened then is
 311 still unclear. Our hypothesis is that thermal cycling caused physical stress
 312 at the interfaces of the wire-bonded gold balls over the bonding-pads and the
 313 epoxy leading to a bad or lack of electrical connection.

314 3. Conclusions

315 LabOSat system was tested in Low Earth Orbits and under neutron radi-
 316 ation. At LEO, the first version of the system withstood 4.8 Gy/yr running
 317 several minutes per day. All subsystems worked as expected under LEO con-
 318 ditions and were inherited to the stable version of LabOSat. In nuclear envi-
 319 ronments where neutron and gamma fields are present, LabOSat can tolerate
 320 up to $3.47 \times 10^{12} \text{ n}_{\text{th}}/\text{cm}^2$, $1.52 \times 10^{12} \text{ n}_{\text{epi}}/\text{cm}^2$ and 4 Gy $_{\gamma}$. To stand higher
 321 neutron fluences modifications of the addressing subsystem are needed.

322 The system was used to test RRAM cells in harsh environments. Resistive
 323 switching devices based on titanium dioxide and manganite were successfully
 324 tested in Low Earth Orbit on board a microsatellite. A qualitative analysis
 325 reflects that both type of cells follow same behavior than on-Earth devices but
 326 LEO conditions affect their endurance. TID telemetry did not give significant
 327 absorbed dose yet. Fluctuations of our measurement system screens the
 328 expected low-dose received by LabOSat which might be ~ 2.7 Gy/yr.

329 In conclusion, the presented data shows that successful electrical charac-
 330 terization is feasible with our LabOSat system at LEO, paving the way for
 331 the study of the electrical behavior of electronic devices in the space.

332 Appendix A. Materials and methods

333 RRAM cells were fabricated within cleanroom facilities. For titanium
334 dioxide based devices the deposition of the metal-oxide-metal stack was done
335 with sputtering technique without breaking vacuum in a full silicon wafer
336 with 1 μm thermally grown silicon dioxide. Metals were deposited at room
337 temperature with 10^{-3} mbar pressure. The amorphous n-type TiO_2 thin
338 film was grown with reactive sputtering from a Ti target using 1/3 of oxy-
339 gen/argon flow ratio. The oxide thin film was 50 nm and is deposited under
340 10^{-2} mbar at room temperature. Both metal films work as electrodes, being
341 the bottom electrode 30 nm of gold with a 5 nm buffer layer of Ti. Top
342 electrode was aluminum (50 nm). After stack deposition, several top-down
343 steps involving photolithography, ion milling and lift-off defined the pillar of
344 the device and patterned the bottom electrode layer. Later fabrication steps
345 involves deposition of an alumina layer for isolation between devices and
346 milling down to bottom electrodes to make $\text{Al}(\text{CuSi})$ contact vias. Finally, a
347 via to the top electrode was done using ion milling and $\text{Al}(\text{CuSi})$ sputtering.
348 The lower left inset of Figure 3b shows a sketch of the devices.

349 Polycrystalline $\text{La}_{1/3}\text{Ca}_{2/3}\text{MnO}_3$ (LCMO) thin films were grown by Pulsed
350 Laser Deposition on top of commercial platinized silicon. The growth temper-
351 ature and oxygen pressure were fixed at 750 $^\circ\text{C}$ and 0.13 mbar, respectively.
352 Ti top electrodes consisted in 0.5 μm -diameter micropillars embedded in an
353 insulating SiO_2 matrix, and were fabricated by a combination of two steps of
354 electronic lithography, reactive ion etching (for the SiO_2) and electron-beam
355 deposition (for the Ti). The pillars end in rectangular macroscopic pads and
356 were covered by a thin layer of gold to avoid oxidation. The inset of Figure
357 4c shows a sketch with the geometry of the devices.

358 After fabrication, the samples were diced and wire-bonded to 16-SOIC
359 package with gold wire using ball-wedge ultrasonic technique at 120 $^\circ\text{C}$.
360 Bonding structures were grown over contact pads. Metallization of pads
361 involved 500 μm -thick aluminum film covered with a thin film of Cr and
362 Au to improve bondability. Before integration to LabOSat, the devices were
363 encapsulated with an epoxy previously tested for space applications.

364 Current to voltage curves of titanium dioxide RRRAM cells measured
365 at our laboratory were acquired using a four-wire sensing technique with a
366 Keithley Semiconductor Characterization System SCS-4200 in a probe sta-
367 tion within a Faraday box. Curves of manganite based RRAM cells measured
368 at our laboratory were acquired using an Keithley 2612 in a probe station

369 within a Faraday box.

370 Acknowledgment

371 The authors would like to thank to J. Longhino, J. Lipovetzky, M. Pérez,
372 J. Marín, M. Gómez Berisso and C. Quinteros who were involved in the ex-
373 periments with neutron beams and R. Ferreira and E. Paz who were involved
374 in the fabrication process of RRAM cells. The authors acknowledge financial
375 support from ANPCyT PICT 2013-0788 “MeMOSat” and UNSAM-ECyT
376 FP-001. We also would like to thank the SPENVIS team for providing the
377 software, the NOAA for providing information about solar cycles and the
378 NIST for developing the code for trapped particles used in SPENVIS.

- 379 [1] E. Grossman, I. Gouzman, Space environment effects on polymers in
380 low earth orbit, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research
381 Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 208 (2003) 48
382 – 57. [doi:dx.doi.org/10.1016/S0168-583X\(03\)00640-2](https://doi.org/10.1016/S0168-583X(03)00640-2).
- 383 [2] W. Suparta, S. Zulkeple, An Assessment of the Space Radiation Envi-
384 ronment in a Near Equatorial Low Earth Orbit Based on Razaksat-1
385 Satellite, ArXiv e-prints [arXiv:1511.03837](https://arxiv.org/abs/1511.03837).
- 386 [3] S. Samwel, A. Hady, J. Mikhail, M. Ibrahimland, Studying the total
387 ionizing dose and displacement damage dose effects for various orbital
388 trajectories, in: First Middle East-Africa Regional IAU Meeting, 2008,
389 pp. 55–58.
- 390 [4] V. Pisacane, Fundamentals of Space Systems, Applied Physics Labora-
391 tory series in science and engineering, Oxford University Press, 2005.
- 392 [5] M. Turowski, A. Raman, R. D. Schrimpf, Nonuniform total-dose-
393 induced charge distribution in shallow-trench isolation oxides, IEEE
394 Transactions on Nuclear Science 51 (6) (2004) 3166–3171. [doi:10.1109/
395 TNS.2004.839201](https://doi.org/10.1109/TNS.2004.839201).
- 396 [6] J. R. Schwank, V. Ferlet-Cavrois, M. R. Shaneyfelt, P. Paillet, P. E.
397 Dodd, Radiation effects in soi technologies, IEEE Transactions on Nu-
398 clear Science 50 (3) (2003) 522–538. [doi:10.1109/TNS.2003.812930](https://doi.org/10.1109/TNS.2003.812930).

- 399 [7] R. D. Schrimpf, M. L. Alles, D. M. Fleetwood, D. R. Ball, M. J. Gad-
400 lage, F. E. Mamouni, Design and evaluation of soi devices for radiation
401 environments, in: 2010 IEEE International SOI Conference (SOI), 2010,
402 pp. 1–4. [doi:10.1109/SOI.2010.5641470](https://doi.org/10.1109/SOI.2010.5641470).
- 403 [8] S. W. Samwel, A. A. Hady, Space radiation environment forecast for
404 egyptsat-2 satellite, Space Weather 7 (12) (2009) n/a–n/a, s12004. [doi:](https://doi.org/10.1029/2009SW000482)
405 [10.1029/2009SW000482](https://doi.org/10.1029/2009SW000482).
- 406 [9] S. Chen, M. Bourham, A. Rabiei, Attenuation efficiency of x-ray and
407 comparison to gamma ray and neutrons in composite metal foams, Ra-
408 diation Physics and Chemistry 117 (2015) 12 – 22. [doi:doi.org/10.](https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2015.07.003)
409 [1016/j.radphyschem.2015.07.003](https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2015.07.003).
- 410 [10] A. K. Maini, V. Agrawal, Satellite Hardware, John Wiley & Sons, Ltd,
411 2006, Ch. 4, pp. 119–169. [doi:10.1002/9780470057902.ch4](https://doi.org/10.1002/9780470057902.ch4).
- 412 [11] F. Santoni, F. Piergentili, Analysis of the unisat-3 solar array in-orbit
413 performance, Journal of Spacecraft and Rockets 45 (1) (2008) 142.
- 414 [12] K. Sarda, S. Eagleson, E. Caillibot, C. Grant, D. Kekez, F. Prana-
415 jaya, R. E. Zee, Canadian advanced nanospace experiment 2: Scien-
416 tific and technological innovation on a three-kilogram satellite, Acta
417 Astronautica 59 (1) (2006) 236 – 245, space for Inspiration of Hu-
418 mankind, Selected Proceedings of the 56th International Astronauti-
419 cal Federation Congress, Fukuoka, Japan, 17-21 October 2005. [doi:](https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2006.02.054)
420 [dx.doi.org/10.1016/j.actaastro.2006.02.054](https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2006.02.054).
- 421 [13] B.-H. Wu, V. Chu, P. Chen, T. Ting, Formosat-3/cosmic science mis-
422 sion update, GPS Solutions 9 (2) (2005) 111–121. [doi:10.1007/](https://doi.org/10.1007/s10291-005-0140-z)
423 [s10291-005-0140-z](https://doi.org/10.1007/s10291-005-0140-z).
- 424 [14] C.-Z. F. Cheng, Y.-H. Kuo, R. A. Anthes, L. Wu, Satellite constellation
425 monitors global and space weather, Eos, Transactions American Geo-
426 physical Union 87 (17) (2006) 166–166. [doi:10.1029/2006E0170003](https://doi.org/10.1029/2006E0170003).
- 427 [15] M. Barella, G. A. Sanca, F. G. Marlasca, G. Rodriguez, D. Martel-
428 liti, L. Abanto, P. Levy, F. Golmar, Labosat: Low cost measure-
429 ment platform designed for hazardous environments, in: 2016 Seventh
430 Argentine Conference on Embedded Systems (CASE), 2016, pp. 1–6.
431 [doi:10.23919/SASE-CASE.2016.7968107](https://doi.org/10.23919/SASE-CASE.2016.7968107).

- 432 [16] G. A. Sanca, M. Barella, F. Gómez Marlasca, G. Rodríguez, D. Martel-
433 liti, L. Patrone, P. Levy, F. Golmar, LabOSat as a versatile payload for
434 small satellites: first 100 days in LEO orbit, in: 1st IAA Latin American
435 Symposium on Small Satellites: Advanced Technologies and Distributed
436 Systems, Vol. 1, March, 2017, p. (submitted).
- 437 [17] S. M. Guertin, M. Amrbar, S. Vartanian, Radiation test results for
438 common cubesat microcontrollers and microprocessors, in: Radiation
439 Effects Data Workshop (REDW), 2015 IEEE, 2015, pp. 1–9. doi:
440 [10.1109/REDW.2015.7336730](https://doi.org/10.1109/REDW.2015.7336730).
- 441 [18] T. R. Oldham, F. B. McLean, Total ionizing dose effects in mos oxides
442 and devices, IEEE Transactions on Nuclear Science 50 (3) (2003) 483–
443 499. doi:[10.1109/TNS.2003.812927](https://doi.org/10.1109/TNS.2003.812927).
- 444 [19] J. R. Schwank, M. R. Shaneyfelt, D. M. Fleetwood, J. A. Felix, P. E.
445 Dodd, P. Paillet, V. Ferlet-Cavrois, Radiation effects in mos oxides,
446 IEEE Transactions on Nuclear Science 55 (4) (2008) 1833–1853.
- 447 [20] E. Lenchak, CRC Implementation With MSP430 (SLAA221), Texas In-
448 struments (November 2004).
- 449 [21] Satellogic.
450 URL <http://www.satellogic.com/>
- 451 [22] J. Lipovetzky, M. Rodríguez Cañete, G. Redin, A. Faigón,
452 M. García Inza, S. Carbonetto, M. Echarri, F. Golmar, F. Gómez Mar-
453 lasca, M. Barella, G. Sanca, P. Levy, COTS MOS dosimetry on the
454 MeMOSat Board, results after 2.5 years in orbit, in: 1st IAA Latin
455 American Symposium on Small Satellites: Advanced Technologies and
456 Distributed Systems, March, 2017, p. (submitted).
- 457 [23] D. Heynderickx, B. Quaghebeur, J. Wera, E. J. Daly, H. D. R.
458 Evans, New radiation environment and effects models in the european
459 space agency’s space environment information system (spenvis), Space
460 Weather 2 (10) (2004) n/a–n/a, s10S03. doi:[10.1029/2004SW000073](https://doi.org/10.1029/2004SW000073).
- 461 [24] W. D. Pesnell, Predictions of solar cycle 24: How are we doing?, Space
462 Weather 14 (1) (2016) 10–21.

- 463 [25] S. M. Seltzer, Updated calculations for routine space-shielding radiation
464 dose estimates: Shieldose-2, Tech. rep., National Institute of Standards
465 and Technology (January 1994).
- 466 [26] A. G. Holmes-Siedle, J. O. Goldsten, R. H. Maurer, P. N. Peplowski,
467 Radfet dosimeters in the belt: the van allen probes on day 365, IEEE
468 Transactions on Nuclear Science 61 (2) (2014) 948–954. [doi:10.1109/
469 TNS.2014.2307012](https://doi.org/10.1109/TNS.2014.2307012).
- 470 [27] R. Waser, R. Dittmann, G. Staikov, K. Szot, Redox-Based Resis-
471 tive Switching Memories Nanoionic Mechanisms, Prospects and Chal-
472 lenges, Adv. Mater. 21 (25-26) (2009) 2632–2663. [doi:10.1002/adma.
473 200900375](https://doi.org/10.1002/adma.200900375).
- 474 [28] J. J. Yang, M. D. Pickett, X. Li, A. A. OhlbergDouglas, D. R.
475 Stewart, R. S. Williams, Memristive switching mechanism for
476 metal//oxide//metal nanodevices, Nat Nano 3 (7) (2008) 429–433.
477 [doi:10.1038/nnano.2008.160](https://doi.org/10.1038/nnano.2008.160).
- 478 [29] N. Ghenzi, M. J. Sánchez, P. Levy, A compact model for binary oxides-
479 based memristive interfaces, Journal of Physics D: Applied Physics
480 46 (41). [doi:10.1088/0022-3727/46/41/415101](https://doi.org/10.1088/0022-3727/46/41/415101).
- 481 [30] A. Herpers, C. Lenser, C. Park, F. Offi, F. Borgatti, G. Panaccione,
482 S. Menzel, R. Waser, R. Dittmann, [Spectroscopic proof of the correla-
483 tion between redox-state and charge-carrier transport at the interface of
484 resistively switching ti/pcmo devices](https://doi.org/10.1002/adma.201304054), Advanced Materials 26 (17) (2014)
485 2730–2735. [doi:10.1002/adma.201304054](https://doi.org/10.1002/adma.201304054).
486 URL <http://dx.doi.org/10.1002/adma.201304054>
- 487 [31] A. Herpers, Electrical characterization of manganite and titanate het-
488 erostructures, Ph.D. thesis, Forschungszentrum Jlich (February 2014).