

FABRICACIÓN DE ESTÁNDARES DE CALIBRACIÓN PARA MICROSONDAS NUCLEARES

CALIBRATION STANDARDS OF NUCLEAR MICROPROBES

S. Arena¹, T. Faya¹, J. Lell², N. Vega¹, J. Davidson³, F. Nesprías² And M. Debray^{241*}

¹Facultad de Ciencias Físicas y Naturales (FCEyN) - Universidad de Buenos Aires
Intendente Güiraldes 2160 - Ciudad Universitaria - (C1428EGA) - Argentina

²Centro Atómico Constituyentes (CAC) - CNEA
Av. Gral. Paz y Constituyentes - (1650) - San Martín - Provincia de Buenos Aires - Argentina

³CONICET, Av. Rivadavia 1917, (1033) Ciudad Autónoma de Buenos Aires, Argentina.

⁴Escuela de Ciencia y Tecnología (ECyT) - Universidad Nacional de San Martín
25 de Mayo y Francia - (1650) - San Martín - Provincia de Buenos Aires - Argentina
e-mail: debray@tandar.cnea.gov.ar

Recibido: 15/12/12; Aceptado: 06/05/13

El Micro-haz de iones Pesados (MiP) del laboratorio Tandar constituye un instrumento de características únicas en el país, pues puede proveer haces de iones pesados de dimensiones micrométricas acelerados hasta decenas de MeV de energía. La búsqueda de tamaños de haz más pequeños ha creado la necesidad de contar con estándares de calibración de elevada calidad de resolución. En el presente trabajo se desarrollaron los primeros prototipos para calibrar la focalización del haz: estructuras metálicas de cobre o níquel en forma de grilla con orificios cuadrados. Se emplearon dos métodos de fabricación. En el primero se utilizaron técnicas de fotolitografía convencional sobre un sustrato de silicio con foto-resina, mientras que en el segundo se utilizó el MiP para micro-mecanizar sustratos de Niobato de Litio (LiNbO₃). En ambos casos se finalizó el proceso de fabricación del patrón con electro-deposición de cobre o níquel sobre la matriz desarrollada. Mediante la técnica fotolitográfica se fabricaron grillas de níquel que varían entre 130 y 180 mesh**. Mediante micro-mecanizado con el MiP se fabricaron grillas de cobre de entre 500 y 2000 mesh sobre sustratos de LiNbO₃.

Palabras Claves: Microsondas, Micro-mecanizado, Nuclear, Niobato de Litio, Calibración.

The Micro-heavy ion beam (MiP) at Tandar's Lab is a unique instrument in the country, as it can provide heavy ion beams at micrometer-scale accelerated to tens of MeV energy. The quest for smaller beam sizes has created the need for calibration standards of high resolution quality. In this paper we developed the first prototypes to calibrate the beam focusing: metal structures of copper or nickel shaped grid with square holes. We used two methods of manufacture. Were used in the first conventional photolithography techniques on a silicon substrate with photo-resin while the second was used for micromachining with MiP substrates of lithium niobate (LiNbO₃). In both cases the process for the manufacture was finished with electro-deposition of copper or nickel on the matrix developed. By photolithographic technique nickel grids were manufactured varying between 130 and 180 mesh**. By MiP micromachining copper grids were produced between 500 and 2000 mesh on LiNbO₃ substrates.

Key Word: Microprobes, Micromachining, Nuclear, Lithium Niobate, Calibration.

I. INTRODUCCIÓN

En una de las líneas del laboratorio Tandar de la CNEA se encuentra el Micro-haz de iones Pesados (MiP), instrumento capaz de focalizar haces de iones pesados de decenas de MeV de energía en dimensiones micrométricas.

Los iones con esta energía pueden penetrar a través de la superficie de los materiales con muy baja dispersión. Esta característica convierte al MiP en un instrumento de alta capacidad analítica y brinda la posibilidad de fabricar micro-estructuras de elevada relación de aspecto.

En los últimos años el MiP del laboratorio Tandar ha mostrado su capacidad para micro-mecanizar el cristal de

niobato de litio (LiNbO₃), material muy apreciado por sus características ópticas^[2].

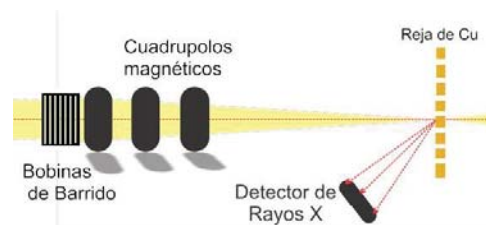


Figura 1.- Diagrama del sistema de calibración focal del MiP

El MiP posee tres lentes cuadrupolares magnéticas (Figura 1), cada lente converge el haz en una dirección y lo diverge en la otra. Las mismas se encuentran rotadas 90 grados entre sí y ajustando las corrientes de

* Autor a quién debe dirigirse la correspondencia.

** # mesh = # líneas/pulgada

alimentación de los cuadrupolos es posible lograr la focalización. Para controlar el movimiento del haz en sentido vertical y horizontal cuenta con un juego de bobinas de barrido.

Al final de la línea del MiP se encuentra una cámara de irradiación, a la cual se encuentra adosado un detector de rayos X (RX), para medir aquellos que se originan de la interacción de los iones con el material y una Faraday Cup para medir la corriente iónica.

La calidad del foco se obtiene de observar los RX emitidos por una grilla de cobre al barrerla con el haz. (Figura 1) La nitidez de la imagen depende del foco del haz y de las características de la grilla: separación entre barras consecutivas (#mesh) y buena terminación de las paredes laterales.

La fabricación de estándares de buena calidad para una microsonda nuclear exige que sea tridimensional con superficies lisas, que posea una definición de los bordes superior a la resolución del haz utilizado y que exhiba paredes laterales bien verticales. La motivación del presente trabajo es mejorar el patrón de calibración existente, en función de los estándares de calidad mencionados.

Estos estándares permiten la focalización de los haces de iones con MeV de energía para las aplicaciones de microscopía nuclear de alta resolución así como micro-mecanizado por escritura directa, donde el conocimiento exacto del tamaño del haz es vital para garantizar la reproducibilidad y calidad de las estructuras.

II. FABRICACIÓN DEL PATRÓN

Para la fabricación del patrón se emplearon dos métodos diferentes:

- Micro-mecanizado con MiP utilizando como sustrato un cristal de Niobato de Litio (LiNbO₃)
- Fotolitografía utilizando como sustrato un wafer de Silicio.

Micromaquinado con el MiP sobre sustrato Niobato de Litio (LiNbO₃)

La elección del cristal de Niobato de Litio como sustrato se debió a la experiencia del grupo de trabajo en el tratamiento del mismo con el MiP.

El haz focalizado sobre la muestra realiza por escritura directa el diseño de la matriz y amorfiza la estructura cristalina del LiNbO₃ haciendo las zonas selectivamente irradiadas solubles a un ataque químico.

Para amorfizar el cristal es necesario que el poder de frenado electrónico de los iones supere los 5MeV/um. (Figura 3) Para calcular la profundidad del daño sobre el cristal se utilizó el programa SRIM.

Luego mediante pulverización catódica se deposita una película de Cobre, que actúa de electrodo en un proceso posterior de crecimiento electrolítico. Finalmente se pule la superficie y se obtiene el patrón de la grilla. Un

diagrama del proceso completo se presenta en la Figura 2.

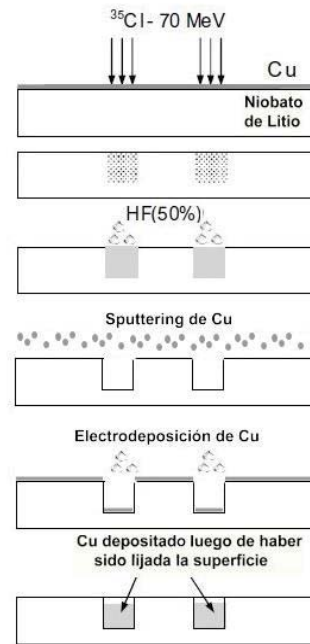


Figura 2.- Diagrama del proceso de micromaquinado de una estructura mediante la utilización del MiP sobre un cristal de Niobato de Litio. [2]

Se propuso construir una grilla con un área total de 0,2mm² y calidades diferentes en distintas regiones. Una sección exterior de 500 mesh, una intermedia de 1000 mesh y en el centro una región de 2000 mesh.

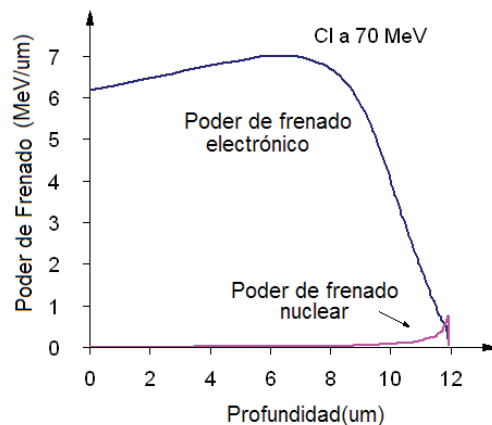


Figura 3.- Poder de frenado electrónico y nuclear de iones de ³⁵Cl a 70MeV de energía en función de la profundidad

Para el micro-mecanizado con el MiP se empleó un haz de Cloro a 70MeV de energía (Figura 3) con una fluencia del orden de 10¹³ iones/cm².

Como se observa en la Figura 3 el poder de frenado electrónico supera los 5MeV/um hasta los 8micrones de profundidad.

Luego se atacó la muestra irradiada con HF al 50% durante 1 hora eliminando el material modificado sin producir efectos sobre el resto de la muestra.

A continuación, por pulverización catódica se depositó una película de Cobre de un micrón. Pudiendo llevar a cabo, el crecimiento electrolítico de Cu utilizando una solución de 15gr. de sulfato de Cu en 100ml de agua desionizada.

Finalmente, el pulido se realizó con papel de lija de grano 400, 600 y 1200, y para terminar con paño y pasta de diamante de 4, 1 y 0,25 micrones.

Fotolitografía sobre sustrato de Silicio

Este método de fabricación incluyó técnicas de fotolitografía y electro-deposición. Un diagrama del proceso se presenta en la Figura 4.

Sobre una oblea de Si se depositó por pulverización catódica una lámina de Cu sobre la cara superior, pulida, con un previo depósito de titanio para adherencia.

Se depositó una lámina de 9µm de fotoresina mediante un spinner a velocidad máxima de 2400 rpm. A continuación se realizó un precocido durante 50segundos a 100°C.

Previo al proceso se diseñó una máscara mediante el programa CorelDRAW dibujando sobre el área de interés matrices de diferentes tamaños para verificar las limitaciones de la técnica.



Figura 4.- Diagrama del proceso de micromaquinado de una estructura mediante fotolitografía sobre un sustrato de Silicio.

Luego, se ubicó la máscara y se aplicó sobre la cara superior luz UV durante 50 segundos, modificando las propiedades químicas de toda la zona superior que está expuesta.

Se quitó la máscara y se eliminó la fotoresina dañada mediante un revelador AZ 826 puro, cuyo componente principal es el KOH, al cual se expuso durante 1 minuto y 30 segundos. De esta forma, quedaron conformadas las matrices diseñadas. Finalmente, se introdujo la muestra en un horno realizando un post-cocido durante 50segundos a 115 °C para fijar las estructuras.

Con una sierra de punta de diamante se separaron las distintas matrices para luego realizar la electrodeposición individualmente.

Una vez concretado el proceso de fabricación de las matrices, sobre cada una se hizo electrodeposición de Ni a 0,03mA sobre las mismas. Para el proceso se estimó mediante las leyes de Faraday, espesores de 5µm, 7µm, 16µm y 18µm.

Finalizada la electrodeposición, las grillas se despegaron con facilidad del sustrato. Antes de levantarlas completamente se eliminó la fotoresina que formaba parte de la matriz utilizando una solución de acetona.

III. RESULTADOS

Micromaquinado con el MiP sobre sustrato Niobato de Litio (LiNbO3)

Luego del proceso indicado en la Figura 2, se obtuvieron las dos grillas incrustadas en el cristal de áreas 0,1mm² y 0,2mm².

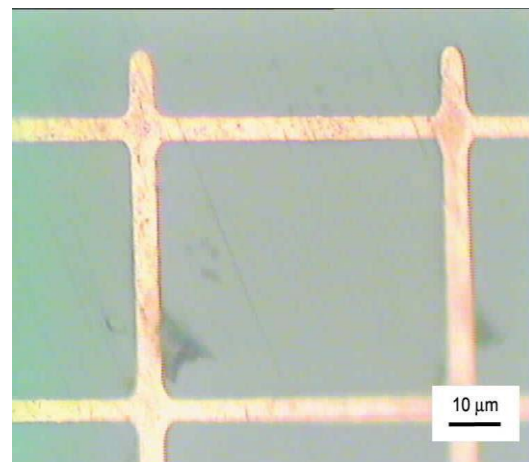


Figura 5.- Grilla confeccionada utilizando el proceso de micromaquinado mediante el MiP sobre el sustrato de Niobato de Litio.

En la Figura 5 se observa un detalle de una de las grillas obtenida con el proceso de micro-mecanizado mediante el MiP sobre Niobato de Litio.

Pudo observarse la verticalidad del daño producido sobre la muestra de Niobato de Litio al cortar y pulir el canto lateral del cristal. (Figura 6)

La profundidad alcanzada por el ataque químico se encuentra de acuerdo al valor calculado con el programa SRIM. El ancho de los barrotes de la grilla fue de 4µm de acuerdo al tamaño del spot del micro-haz

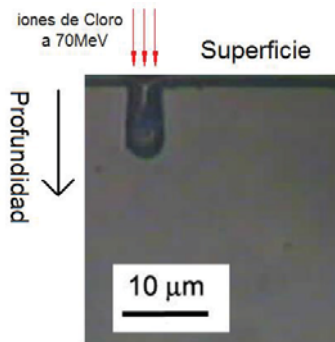


Figura 6.- Corte lateral de una muestra de cristal de Niobato de Litio que fue mecanizada mediante el MiP

Fotolitografía sobre sustrato de Silicio

Con el proceso fotolitográfico se fabricaron 8 grillas de diferentes tamaños, y espesores según valores estimados de entre 6 y 12 μm . La calidad de las grillas construidas varió entre 130 y 180 mesh.

La técnica demostró potencial de aplicación ya que dio a las grillas gran estabilidad estructural gracias a lo cual se las pudo separar con facilidad de la matriz

En la Figura 7 se muestra un detalle de una de las grillas fabricadas mediante la técnica fotolitográfica en sustrato de silicio. En ella puede observarse que la rugosidad original de la máscara se propagó al proceso litográfico y finalmente al crecimiento electrolítico.

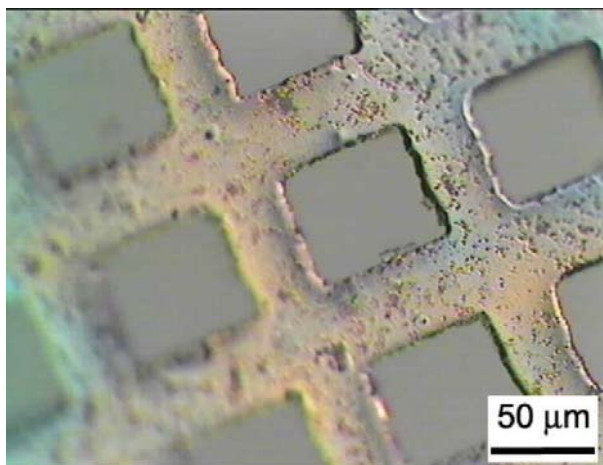


Figura 7.- Grilla confeccionada utilizando el proceso de fotolitográfico sobre el sustrato de Niobato de Litio.

En la Figura 8 se muestra una de las grillas fabricadas con este método, realizando la observación con el detector de RX del MiP.

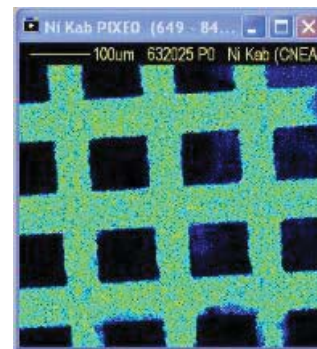


Figura 8.- Observación mediante el detector de RX de la cámara del MiP, de una de las grillas obtenidas mediante el proceso de fotolitografía sobre el sustrato de silicio

Conclusiones

Se obtuvieron con éxito 2 métodos para la construcción de un patrón de calibración focal. Por un lado, mediante micro-mecanizado con el MiP sobre Niobato de Litio y por otro lado, utilizando técnicas de fotolitografía convencional.

El micro-mecanizado sobre Niobato de Litio produjo una grilla de Cu con un área de $0,2 \text{ mm}^2$, de calidad mínima de 800 mesh, duplicando la calidad de la grilla actual. La calidad de la pared vertical es óptima debido a la perpendicularidad del daño iónico y de elevada relación de aspecto. El espesor de las grillas obtenidas es de $8 \mu\text{m}$ y el ancho de los barrotes de $4 \mu\text{m}$. La distancia entre grillas fue variable entre 50 y $12,5 \mu\text{m}$ (500-2000mesh).

El único inconveniente es que la grilla no se puede despegar del sustrato de Niobato. Sin embargo las calidades obtenidas con esta técnica muestran que el proceso es viable utilizando otro sustrato.

El proceso fotolitográfico produjo 8 grillas de entre 130 y 180 mesh de inferior calidad que la actual, con alta rugosidad en las paredes y cuyos espesores varían entre 6 y $12 \mu\text{m}$ con gran estabilidad estructural.

La ventaja de la misma es su estabilidad estructural que permitió ser despegada del sustrato sin mayor dificultad.

Se propone continuar con la fabricación de estándares combinando ambos métodos, utilizando el sustrato del proceso fotolitográfico y la fabricación de la matriz por medio del MiP, el cual genera gran precisión.

Referencias

1. Nesprías F. Micromaquinado del Niobato de Litio mediante haces de iones de alta energía con potenciales aplicaciones ópticas. Tesis para optar al título de Doctor en Ciencia y Tecnología, mención Física. (2011)
2. Nesprías, F.; Venturino, M.; Debray, M.E.; Davidson, J.; Davidson, M.; Kreiner, A.J.; Minsky, S.; Fischer, M.; Lamagna, A. Heavy ion beam micromachining on LiNbO₃. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2009.
3. Stoliar P. A. Implementación de un microhaz de iones pesados para el acelerador Tandem. Tesis para optar al título de Doctor en Ciencia y Tecnología mención Física. (2004)
4. Cogno G., Soledad X. Estudio de la resistividad y

- topografía en función del espesor para láminas delgadas de plata, Instituto Balseiro.
5. Taguchi, A.; Miyoshi, T.; Takaya, Y.; Takahashi, S. Optical 3D profilometer for in-process measurement of microsurface based on phase retrieval technique. Departamento de Ingeniería y Sistemas, Universidad de Osaka , Japón
 6. Benatti, E.; Clauser, C. Estudio del sputtering yield en láminas de Cu con impurezas de C y O.} Instituto Balseiro-CNEA, 2010.
 7. Jiménez Peñaloza, J. L.; {Tesis: Caracterización del modulador electro-óptico APETm microwave analog intensity con aplicación de transmisión de video compuesto. Departamento de Ingeniería Electrónica, Escuela de Ingeniería, Universidad de las Américas Puebla, México. 2005.
 8. <http://www.srim.org/>