

Síntesis de películas delgadas de aluminio por técnica HIPIMS caracterizadas por XRD, RBS y Perfilometría óptica.

Facultad de Ciencias (Universidad Autónoma de México)

Laboratorio de Física Contemporánea I, Grupo 8248

Instituto de Investigaciones en Materiales (Universidad Autónoma de México)

Reporte de laboratorio Rotativo a cargo de Cruz J.

González S.

Cataño G.



Resumen.

Se realizó acondicionamiento a una cámara de vacío utilizada para sputtering, a la cual se le implementó un equipo de High-Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS) en el laboratorio de Stephen Muhl del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM. Utilizando la técnica HIPIMS, se llevaron a cabo dos depósitos de películas delgadas de aluminio.

A estas películas se les realizaron caracterizaciones mediante perfilometría, difracción de rayos X (XRD) y espectrometría de retrodispersión de Rutherford (RBS).

Se obtuvo una película con un espesor promedio de entre 280 y 300 nm, de naturaleza amorfa. Además, se realizaron simulaciones con el software SIMNRA para analizar los resultados de la caracterización por RBS. Al contrastar experimentalmente en el LEMA, se confirmó que la película presentaba una concentración significativa de óxido de aluminio.

Información del Reporte

Fecha:

25 de marzo de 2025

Palabras clave:

HIPIMS
Sputtering
Sputtering DC
Magnetron Sputtering
Perfilometría óptica
XRD
RBS

1. Introducción

Sputtering.

La técnica de sputtering es utilizada industrialmente para fabricar recubrimientos para la deposición de películas delgadas. Este proceso nos permite sintetizar diferentes compuestos, tales como óxidos, carburos y nitruros. Entre sus aplicaciones encontramos la microelectrónica, la óptica y la ingeniería de materiales. [1]

Este proceso ocurre cuando los iones de un gas inerte bombardean un blanco compuesto por el material que se desea depositar. [1]

Sputtering DC (Direct Current Sputtering)

Este método de depósito consiste en utilizar un gas inerte, como el argón, y seleccionar un material, denominado target, del cual se desee depositar. Se deberán introducir en

una cámara de vacío junto a un sustrato con las muestras donde se formarán las películas delgadas.

Al aplicar un voltaje y una corriente continua al target, lo convertirá en un cátodo del sistema, donde el sustrato tomaría el rol de ánodo. Las colisiones inelásticas con electrones ionizarán átomos de argón y esto generará un plasma de iones y electrones libres.

Los iones del gas serán acelerados al target por diferencia de potencial y se impactará con alta energía, lo que provoca la transferencia de momento a los átomos del target, expulsándolos de la superficie en un proceso conocido como sputtering. Los átomos liberados del target se desplazan a través de la cámara de vacío y se depositan sobre el sustrato. [1]

Después de un tiempo podremos finalizar el depósito y extraer el sustrato con las películas delgadas.

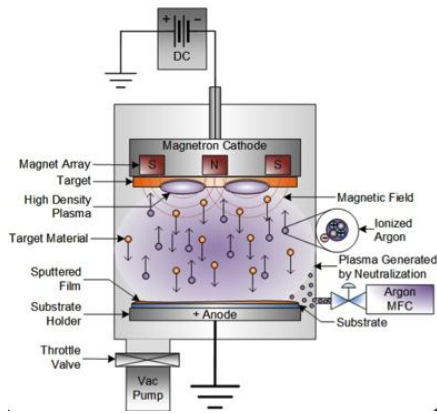


Fig. (1). DC Sputtering [5]

Magnetron Sputtering

Magnetron sputtering surge por los trabajos de Penning en la década de 1930, donde ideó el método para poder confinar mejor los electrones cerca de la superficie, esto mediante la combinación de campos eléctricos y magnéticos. Con lo cual permitió un aumento en la ionización del plasma en la proximidad de la superficie, sentando así las bases para la creación del magnetrón. [2]

Para la década de los 70 y 80, se llevaron mejores que permitieron nuevas configuraciones de magnetrones que posibilitaron el sputtering a presiones más bajas (\sim mTorr) y voltajes reducidos (\sim 500 V). Estas innovaciones permitieron alcanzar tasas de deposición más altas en comparación con el sputtering de corriente continua (DC) sin el uso de imanes. [2]

En este método, se colocan imanes permanentes detrás del blanco, generando un campo magnético que confina los electrones en una región cercana a la superficie del blanco. Esto incrementa la probabilidad de colisiones ionizantes con los átomos de gas neutro, lo que a su vez mejora la tasa de sputtering. [3]

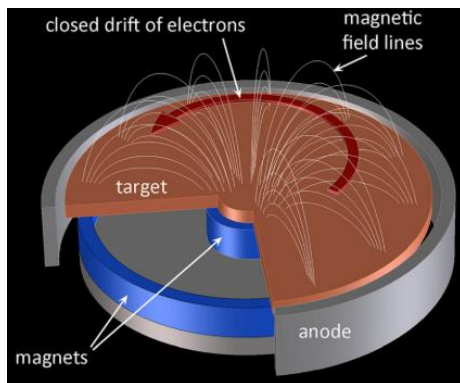


Fig. (2). Esquema de un magnetrón plano con un objetivo de disco. [1]

El uso de este sistema magnético permite:

- Aumentar la densidad del plasma en la proximidad del blanco.
- Reducir la presión de operación al mejorar la ionización del gas inerte.
- Mejorar la eficiencia del proceso, lo que permite una deposición más uniforme y controlada.

Entre los métodos más comunes de magnetron sputtering tenemos: [3]

- DCMS (Direct Current Magnetron Sputtering)
- RFMS (Radio Frequency Magnetron Sputtering)
- HIPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering).

High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS)

High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS), es un método de deposición física de vapor ionizado (IPVD) basado en el sputtering magnetrón de corriente directa convencional (DCMS). [2]

Se utiliza para películas delgadas y ha tomado relevancia en procesos industriales gracias a la generación de grandes cantidades de iones altamente energéticos debido a la aplicación de altas densidades de potencia en sus cortos pulsos. Así, se obtienen recubrimientos con propiedades mejoradas a comparación con las demás técnicas convencionales como el magnetron sputtering de corriente directa (DCMS) o el sputtering bipolar de frecuencia media. [4]

Uno de los principales beneficios de HIPIMS es la mejora en la densificación de las películas delgadas. Estudios han reportado incrementos en la densidad de las películas de entre un 6% y un 30% en comparación con las obtenidas por DCMS. [3] Esto permite mejorar la movilidad superficial de los átomos depositados y producir recubrimientos más densos y uniformes. La aplicación de pulsos cortos evita que el blanco alcance su punto de fusión, manteniendo el sistema de refrigeración eficiente. [2]

Otro aspecto fundamental de HIPIMS es su capacidad para generar un alto grado de ionización en el material depositado. En comparación con el sputtering convencional, donde la fracción de iones metálicos suele ser de solo unos pocos puntos porcentuales, en HIPIMS esta fracción puede superar el 90% para ciertos materiales como el titanio y alcanzar hasta un 92% en el cobre. La alta ionización, combinada con un adecuado control de la energía iónica, permite modificar las características estructurales y mecánicas de las películas depositadas. [4]

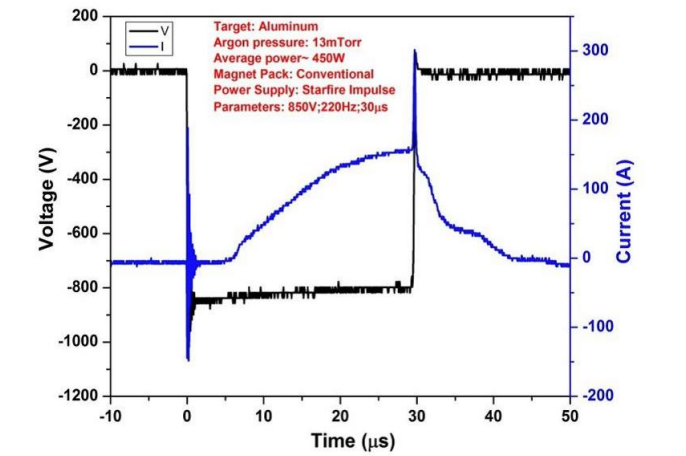


Fig. (3). Curva característica de voltaje y corriente de la fuente de alimentación HIPIMS. [6]

Tabla 1. Comparativa de HIPIMS y Sputtering DC		
Característica	HIPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering)	Sputtering DC (sin HIPIMS)
Ionización	70-100% de los átomos del objetivo están ionizados.	Solo 1-5% de ionización.
Densidad de plasma	Es mayor y ronda entre 10^{18} a $10^{19} m^{-3}$	Significativamente menor por 3 órdenes de magnitud.
Calidad de la película	Más densa, con menor rugosidad superficial y mejor adhesión al sustrato.	Menos densa, mayor rugosidad.
Tasa de deposito	Más baja, pero mejorable con variaciones como HIPIMS reactivo.	Mayor tasa de deposición, pero menor calidad de película.

Envenenamiento del Blanco (Target Poisoning) en Sputtering Reactivo

El envenenamiento del blanco es un fenómeno clave en el sputtering reactivo, donde la superficie del blanco (target) sufre una transformación debido a la interacción con el gas reactivo presente en la cámara de deposición. Este efecto tiene un impacto significativo en la eficiencia del proceso y en las propiedades de la película delgada depositada. [1]

Durante el sputtering reactivo, los átomos del gas reactivo introducido en la cámara pueden interactuar con la superficie del blanco de dos maneras principales:

- Reacción directa con el blanco: El gas reactivo forma un compuesto sobre la superficie del blanco, modificando su composición química y reduciendo la tasa de sputtering, ya que los enlaces químicos de los compuestos formados (como óxidos o nitruros) son más fuertes que los del material metálico puro.
- Formación de compuesto en la película depositada: En algunos casos, el gas reactivo reacciona con los átomos depositados en el sustrato, dando lugar a la formación del compuesto en la película en crecimiento, sin afectar directamente la superficie del blanco.

Cuando el envenenamiento del blanco ocurre de manera significativa, la tasa de deposición disminuye, ya que el sputtering de un material compuesto es menos eficiente en comparación con el sputtering de un metal puro. Además, el voltaje de descarga cambia, afectando la estabilidad del proceso. [1]

Hysteresis cycle

El ciclo de histéresis es un fenómeno fundamental en los procesos de sputtering reactivo, en particular en la deposición de películas delgadas mediante magnetron sputtering. Este efecto se manifiesta cuando la cantidad de gas reactivo introducido en la cámara de deposición afecta de manera no lineal la composición del plasma y la tasa de deposición. [1]

Durante el sputtering reactivo, el gas reactivo inyectado en la cámara de vacío interactúa con el material del blanco, formando compuestos en la superficie de este y en la película depositada sobre el sustrato. A medida que aumenta el flujo de gas reactivo, la superficie del blanco puede transitar desde un estado metálico hacia un estado envenenado, donde la formación de compuestos reduce la tasa de sputtering del material original. [1]

Este proceso no es completamente reversible; cuando se reduce el flujo de gas reactivo, la transición del estado envenenado de vuelta al estado metálico ocurre a una velocidad diferente. Este comportamiento da lugar al ciclo de histéresis, caracterizado por dos curvas distintas de variación del voltaje de descarga y la presión parcial del gas reactivo en función del flujo de este. [1]

A continuación, veamos sus etapas: [1]

1. Modo Metálico: A bajas concentraciones de gas reactivo, la superficie del blanco permanecerá en un estado metálico. Su tasa de sputtering es alta y el gas reactivo será consumido en la formación de la película delgada.
2. Transición al Modo Envenenado: Al aumentar el flujo de gas reactivo, se forma un compuesto en la

superficie del blanco. La tasa de sputtering disminuye y el voltaje de descarga cae abruptamente.

- 3. Modo Envenenado: La superficie del blanco está completamente cubierta por el compuesto, reduciendo la tasa de deposición. La presión del gas reactivo se estabiliza en un nivel alto.
- 4. Regreso al Modo Metálico: Al reducir el flujo de gas reactivo, el compuesto comienza a eliminarse, pero la transición de regreso es más lenta y ocurre a un flujo menor que en la transición inicial, generando histéresis.

La importancia del ciclo de Histéresis radica en los siguientes puntos: [1]

- Afecta la calidad de la película: Fluctuaciones en composición y densidad pueden alterar sus propiedades mecánicas y ópticas.
- Requiere control preciso del flujo de gas: Para evitar cambios bruscos entre modos.
- Optimización de condiciones de deposición: Se pueden usar modelos de simulación para mejorar la estabilidad del proceso.
- Regulación del voltaje del blanco: Para mantener un régimen estable y evitar caídas abruptas en la tasa de deposición.

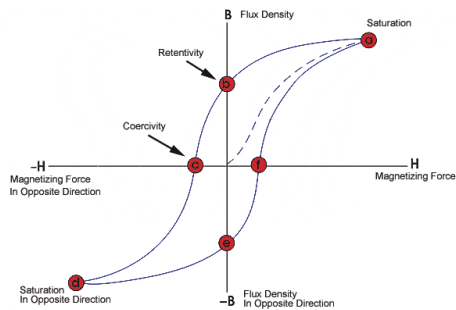


Fig. (4). Hysteresis Loop [7]

Optical profilometry (Perfilometría óptica)

La perfilometría óptica es una técnica de medición de superficies 3D de alta resolución y sin contacto que utiliza la proyección de luz e imágenes para extraer la forma de la superficie de un objeto: [8]

Entre las características principales encontramos:

- No destructiva: Permite obtener datos topográficos de una superficie sin dañarla [9]
- Medición tridimensional: Proporciona imágenes y mediciones tridimensionales de la topografía de la superficie. [10]

- Alta resolución: Puede evaluar la rugosidad de la superficie hasta el nivel de nanómetros. [11]
- Rapidez y eficiencia: Capaz de escanear áreas grandes en poco tiempo sin contacto directo con la superficie. [12]

Para una de las caracterizaciones de las películas delgadas, se realizó un escaneo vertical con el cual logramos producir un mapa topográfico 3D.

X-ray diffraction (XRD).

La caracterización de películas delgadas mediante difracción de rayos X (XRD) es una técnica fundamental y no destructiva que permite analizar la estructura cristalina y las propiedades microestructurales de las películas delgadas.

Su funcionamiento se basa en la difracción de rayos X generados en un tubo de rayos catódicos, que inciden sobre la muestra y son difractados. La intensidad de los rayos X difractados se registra continuamente mientras la muestra y el detector rotan a través de sus respectivos ángulos. [13]

Entre las características principales encontramos:

- No Destructiva: XRD es una técnica no destructiva. [14]
- Alta Resolución Angular: Tiene una alta resolución angular para medir picos de difracción los cuales son extremadamente agudos, especialmente en películas con muy pocos defectos. [15]

Tabla 2. Comparativa de resultados esperados de película amorfa o cristalina.		
Característica	Película Amorfa	Película Cristalina
Picos de difracción	Ausente, lo que se traduce en un halo difuso	Nítidos y característicos de la fase
Identificación de fases	Difícil, pues no hay picos claros	Se identifica comparando con bases de datos
Análisis cuantitativo	Se limita a estudios de orden local y comparaciones cualitativas.	Permite análisis cuantitativos sobre el tamaño, tensiones residuales y orientación preferente.

Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS).

Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS) es una técnica analítica nuclear no destructiva utilizada para la caracterización de películas delgadas y la determinación de

la composición elemental de una muestra. RBS implica el uso de iones de alta energía, como H^+ o He^+ , que se dirigen hacia la superficie de la muestra. La energía de los iones dispersados se mide para analizar la composición de la superficie. [16]

La técnica mide la distribución de energía de los iones dispersados en un ángulo específico, lo que permite determinar la concentración de elementos y la profundidad de estos en la muestra. [16] Entre las características principales encontramos:

- No destructiva: No daña la muestra durante el análisis. [17]
- Cuantitativa: Proporciona información cuantitativa sin necesidad de estándares de referencia. [17]
- Profundidad de Análisis: Puede analizar capas desde 1 nm hasta decenas de micrómetros de espesor. [18]

Sputtering yield (rendimiento de sputtering)

El Sputtering yield se define como el número promedio de átomos removidos de la superficie de un material por cada incidente de ion. Se usa para entender y evaluar el proceso de erosión de materiales bajo bombardeo de iones energéticos. El rendimiento de la pulverización catódica también varía con el ángulo de incidencia de las partículas respecto a la normal de la superficie. Un ángulo mayor de incidencia de los iones generalmente incrementa el rendimiento de pulverización. [19]

Mean Free Path (Trayectoria libre media)

La trayectoria libre media es el promedio de distancia que recorre alguna molécula de gas tras colisiones. Podemos calcular dicha longitud a partir de la teoría cinética de los gases, donde se utiliza el modelo de esferas duras. [20]

Hay que considerar que cada molécula tiene un diámetro d , con un área de colisión efectiva modelada por un círculo de diámetro $2d$. Entonces $A = \pi d^2$. A medida que una molécula se mueve, barre un volumen donde se puede contar sus colisiones. $Volume = \pi d^2 \bar{v} t$

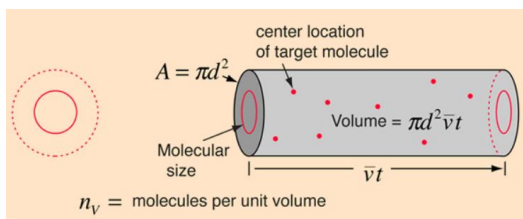


Fig. (5). Representación de trayectoria libre media [20]

La distancia se obtiene dividiendo la longitud del trayecto recorrido por el número de colisiones que ha tenido.

$$Estimación = \frac{\bar{v}t}{\pi d^2 \bar{v} t n_v} = \frac{1}{\pi d^2 n_v}$$

Hay que tomar en cuenta que el modelo supone que las moléculas objetivo están en reposo, lo cual es falso, pues las moléculas tienen una velocidad promedio muy alta.

Se tendrá que considerar la velocidad relativa promedio de las moléculas para poder llegar a una expresión más precisa. el cálculo de esa velocidad a partir de la distribución de velocidad molecular arroja el resultado: $\bar{v}_{rel} = \sqrt{2}\bar{v}$. Con lo que se ve modificado la expresión del volumen efectivo de objetivos barridos: $\pi d^2 \sqrt{2}\bar{v} t$. Resultando en la expresión de la trayectoria libre media:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2}\pi d^2 n_v}$$

El número de moléculas por unidad de volumen se puede determinar a partir del número de Avogadro y la ley de los gases ideales, lo que conduce a

$$n_v = \frac{n N_A}{V} = \frac{\frac{n N_A}{P}}{P} = \frac{N_A P}{RT} \Rightarrow \lambda = \frac{RT}{\sqrt{2}\pi d^2 n_v}$$

No olvidemos que las moléculas reales no son esferas duras si bien, esta aproximación funciona bien para gases nobles debido a sus colisiones casi elásticas, no captura completamente la complejidad de los gases reales. [20]

2. Experimentación.

El equipo utilizado fue una cámara de vacío para sputtering la cual fue acondicionada para adaptarle un equipo para aplicar HIPIMS, desarrollado por Stephen Muhl Saunders en el laboratorio de materiales electrónicos del Instituto de investigaciones en materiales de la UNAM. Una vez acondicionado, estudiado y limpiado el equipo, se trabajaría en 2 depósitos.

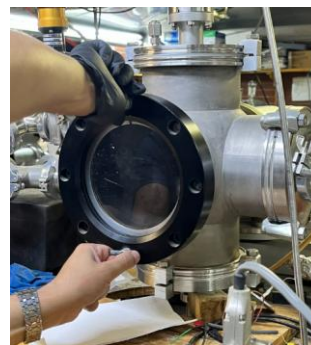


Fig. (8). Cámara de vacío para sputtering



Fig. (7). Equipo de HIPIMS

Primer deposito**Colocación de muestras para el primer deposito.**

El proceso de colocación de las muestras consistió en preparar placas rectangulares de silicio de aproximadamente 5 a 10 mm de diámetro, las cuales se fijaron con cinta doble cara en el porta sustrato de la cámara de sputtering, orientadas hacia el blanco de aluminio.

Para el primer depósito, se colocaron cuatro muestras, identificadas con las letras A, B, C y D. A diferencia de las tres primeras, a la muestra D se le aplicó un punto de silicón antes del depósito, con el fin de retirarlo posteriormente y realizar una caracterización mediante perfilometría óptica, determinando así el espesor de la película formada.



Fig. (8). Cámara de depósito donde se observa el blanco de aluminio

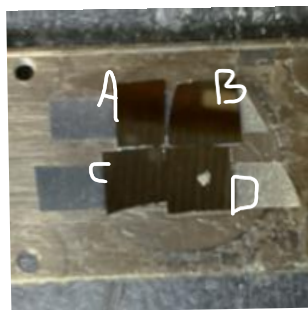


Fig. (9) Sustratos colocados del primer deposito

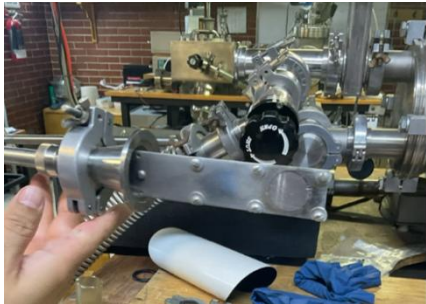


Fig. (10). Porta sustratos

Parámetros y realización del primer depósito.

A continuación, mostraremos los parámetros que se siguieron en el primer deposito, el cual recordando que fue la primera película delgada depositada por HIPIMS en el laboratorio de Stephen Muhl del Instituto de investigaciones en materiales de la UNAM.

Una vez seguido el protocolo de pasos para depositar, mostrado en el anexo, se tuvo una presión base de 3×10^{-6} Torr y se decidió una presión de trabajo de 46 m Torr. En cuanto al flujo del gas de argón, se tuvo una medición de 13.6 SCCM. La duración del depósito fue de 15 minutos y tuvimos una distancia al blanco de 10 cm. El equipo de HIPIMS trabajo a una frecuencia de 90 Hz y 90 pulsos por

segundo, trabajamos con una potencia de 10 W y medimos un voltaje de 449 V con un amperaje de 116 A.

Una vez finalizado el depósito, se llevaron a cabo la serie de pasos para apagar y terminar deposito y de pasos para retirar deposito, ambos mostrados en el anexo.

Segundo Deposito**Colocación de muestras para el primer deposito.**

Nuevamente se obtuvieron 4 placas rectangulares de silicio de aproximadamente 5 a 10 mm de diámetro, pero esta vez fueron lavadas mediante limpieza con ultrasonido en una solución al 5% de jabón industrial durante 15 minutos. Luego de esto fueron secadas y pasaron nuevamente por el mismo tratamiento, pero ahora con Alcohol isopropílico. Estas placas tuvieron un mayor tamaño a las del primer depósito, rondando entre los 5 mm a los 10 mm. Además de las cuatro placas de silicio, se agregó una lámina de vidrio como un quinto sustrato para el depósito. Se volvieron a nombrar las placas de silicio y esta vez en la A, se le colocó una gota de pegamento, para retirarla tras el depósito y poder realizar la técnica de perfilometría óptica.



Fig. (11). Máquina de limpieza ultrasonido

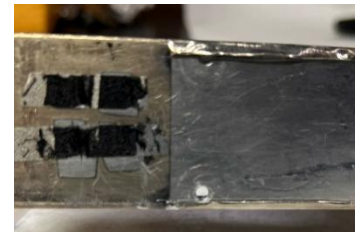


Fig. (12). Porta sustrato del segundo deposito

Donde:

- La película A sería estudiada por caracterización de perfilometría.
- La película B sería estudiada por caracterización XRD.
- La película C sería estudiada por caracterización SEM.
- La película D sería estudiada por caracterización RBS.

Parámetros y realización del segundo depósito.

Nuevamente seguido el protocolo de pasos para depositar y con la experiencia obtenida en el primer deposito, se tuvo una presión base de 3×10^{-6} Torr y se decidió una presión de trabajo de 10.7 m Torr. La duración del depósito fue de 25 minutos y tuvimos una distancia al blanco de 8 cm. El equipo de HIPIMS trabajo a una frecuencia de 90 Hz y 90

pulsos por segundo, trabajamos con una potencia de 25 W y medimos un voltaje de 550 V con un amperaje de 142 A.

De nuevo, al finalizar el depósito, se llevaron a cabo la serie de pasos para apagar y terminar depósito y de pasos para retirar depósito, ambos mostrados en el anexo.



Fig. (13). Pantalla de equipo HIPIMS.

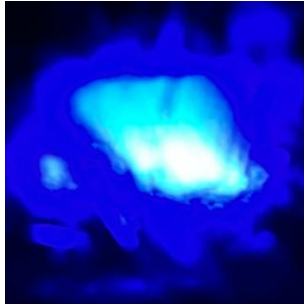


Fig. (14). Plasma generado en el segundo depósito.

Caracterizaciones.

La caracterización por Perfilometría óptica se realizó con un perfilómetro óptico de la marca nexview. en el mismo laboratorio de Stephen Muhl del Instituto de investigaciones en materiales de la UNAM. Utilizamos esta técnica para las películas que contaban con la gota de pegamento y una vez retirada pasaron a ubicarse al perfilómetro. Se uso esta caracterización para extraer la información del espesor de la película de aluminio formada y poder visualizar la superficie con más detalle.

La caracterización por XRD fue realizada en la muestra B del segundo depósito. Se uso esta técnica para conocer si la estructura obtenida era cristalina o amorfa.

La muestra D se destinó para caracterización con la técnica RBS, que permitiría determinar su composición. En un inicio se realizaron las simulaciones para bombardeo con protones y con carbono 12 en el software SIMNRA. Posteriormente se realizó la técnica con protones en el acelerador del LEMA del Instituto de Física de la UNAM.

3. Resultados y discusión

Ambos depósitos se consiguieron de forma exitosa, donde también hubo mejora considerable con los conocimientos adquiridos de las variaciones de parámetros en el primer depósito y así realizar un segundo depósito con mejores resultados.

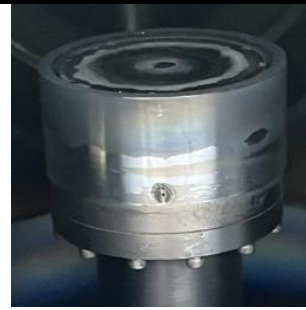


Fig. (15). Target de aluminio antes del depósito.

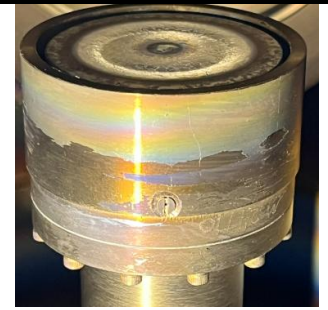


Fig. (16). Target de aluminio después del depósito.

Además de que, al utilizar un osciloscopio durante el depósito, fue lo que nos permitió medir el voltaje y la corriente además posibilitarnos ver las curvas características de HIPIMS en las gráficas.

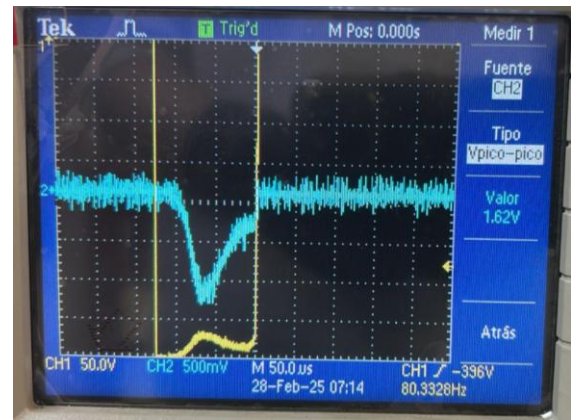


Fig. (17). Vista al osciloscopio durante el segundo depósito, donde el canal amarillo corresponde a la medida de la corriente y el canal azul a la medida del voltaje.

A continuación, mostramos las películas delgadas de aluminio del primer depósito.

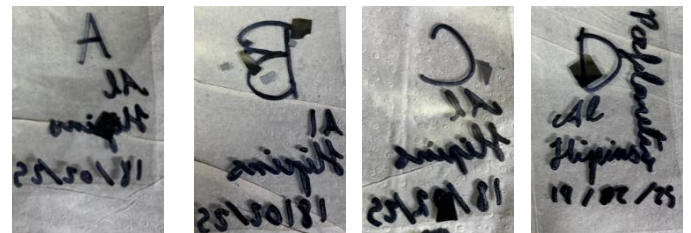


Fig. (18). Muestras del primer depósito

De estas películas del primer depósito se realizó únicamente una caracterización de perfilometría óptica a la película D.

Mientras que para el segundo depósito se realizaron las caracterizaciones para la muestra A por perfilometría óptica, la muestra B por XRD y la muestra D por RBS.

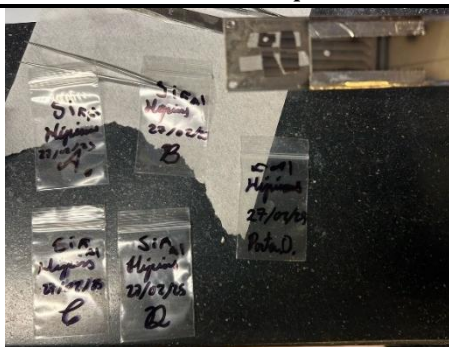


Fig. (19). Muestras del Segundo deposito

Resultados para perfilometría óptica.

Las muestras D y A del primer y segundo deposito serían caracterizadas por perfilometría óptica, la cual se utilizará principalmente para conocer el grosor de la película depositada. Para esto se retiró el pegamento en ambas películas.

A continuación, vemos las imágenes obtenidas por el perfilómetro óptico para el primer deposito,

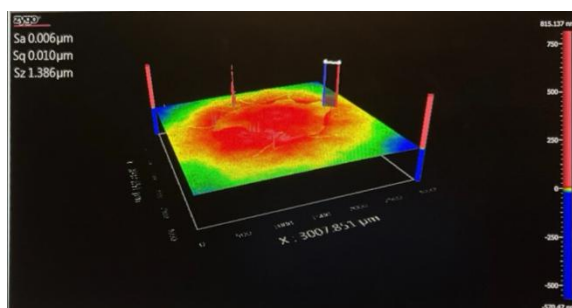


Fig. (20). Perfilometría óptica - primer depósito 1

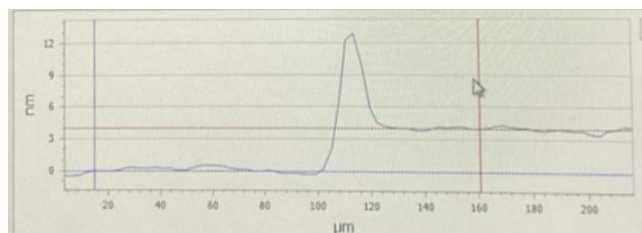


Fig. (21). Perfilometría óptica - primer depósito 2

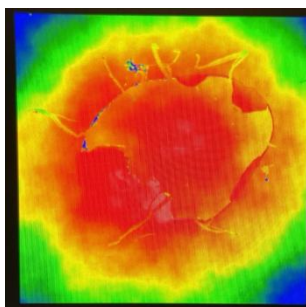


Fig. (22). Perfilometría óptica - primer depósito 3

Podemos apreciar que se tuvo un grosor muy irregular que ronda entre los 3 – 5 nm.

A continuación, vemos las imágenes obtenidas por el perfilómetro óptico para el segundo deposito,

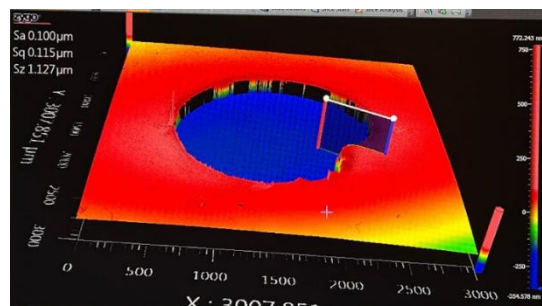


Fig. (23). Perfilometría óptica - segundo depósito - 1

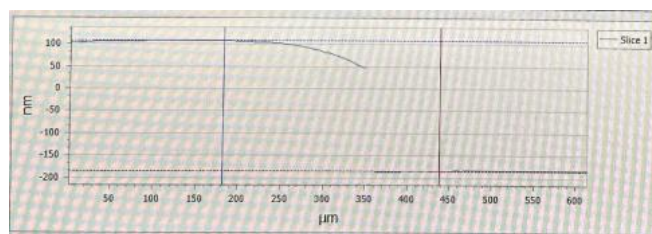


Fig. (24). Perfilometría óptica - segundo depósito - 2

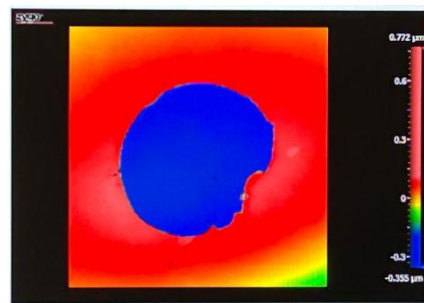


Fig. (25). Perfilometría óptica - segundo depósito - 3

Podemos apreciar que se tuvo un grosor más regular y un espesor promedio que ronda entre los 280 – 300 nm, siendo entre 50 y 100 veces mayor al anterior.

La primera caracterización de perfilometría nos brindó la experiencia necesaria de resultados para comprender como mejorar los parámetros para la realización de un segundo depósito y así obtener el resultado de la segunda caracterización de perfilometría.

Los resultados los obtuvimos al realizar las mediciones haciendo el uso del software que permite ubicar 2 mediciones en la superficie y comparar tanto en formato tridimensional como bidimensional. Se obtuvo el promedio del grosor realizando varias mediciones en distintos puntos en la zona de interés.

Resultados para difracción de rayos X (XRD)

Se utilizó esta caracterización en la película B del segundo depósito, esto para conocer si se había formado una estructura amorfa o cristalina.

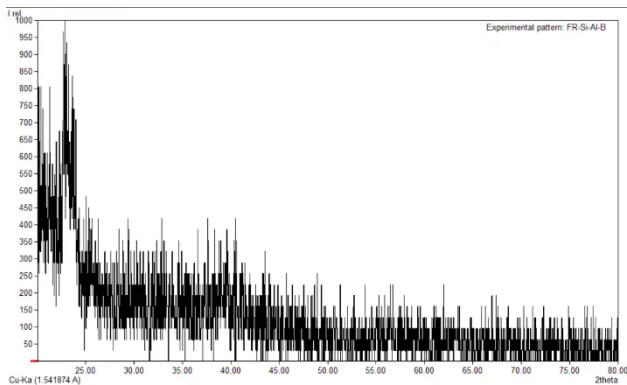


Fig. (26). Resultado de XRD

De nuestra película de aluminio se obtuvo una estructura amorfa, pues no se logra observar con claridad los picos característicos de las películas cristalinas de aluminio. Y al no ser posible esto, concluimos que la película depositada no tuvo estructura cristalina, lo que nos lleva al resultado de haber obtenido una estructura amorfa.

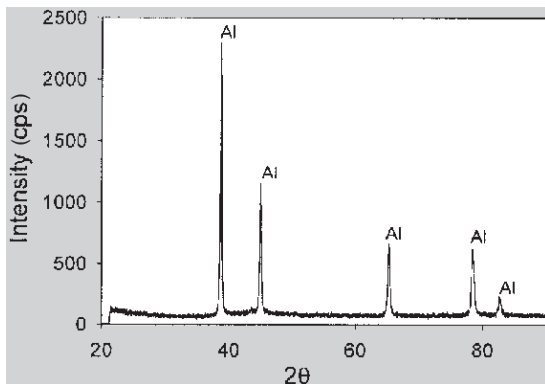


Fig. (27). Resultados esperados para una película de aluminio con estructura cristalina.

Los resultados que se esperaban obtener si la película fuera cristalina, serían los mostrados en la figura (27). Donde podemos apreciar que los picos característicos más grandes se encuentran alrededor de 39, 45, 67, además de otros posteriores, los cuales no se logran ver en nuestros resultados.

Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)

En las figuras 28 y 29 apreciamos las simulaciones de la caracterización de la película por técnica RBS utilizando el software SIMNRA. En la figura n se tiene la simulación de RBS usando protones, al ser una de las partículas más utilizadas para esta técnica. En color verde observamos el

silicio, mientras el color violeta corresponde al silicio de los sustratos.

La gráfica azul corresponde a la suma de ambas, es decir, la película sobre el sustrato. Debido a la proximidad en los dos elementos en la tabla periódica podemos notar la proximidad de sus espectros, dando como resultado en su combinación un pico apenas perceptible.

La figura 29 corresponde a la técnica RBS realizada usando en este caso Carbono 12. Nuevamente el color verde corresponde al espectro del silicio y el violeta al de aluminio. En este caso el espectro azul correspondiente a la suma de ambos muestra un pico distinguible que nos permitiría deducir con más facilidad la composición de la muestra analizada. Este resultado proviene de la calibración del acelerador del LEMA, ya que, al estar calibrado para hacer dataciones por carbono 14 da resultados más claros si usamos carbono 12.

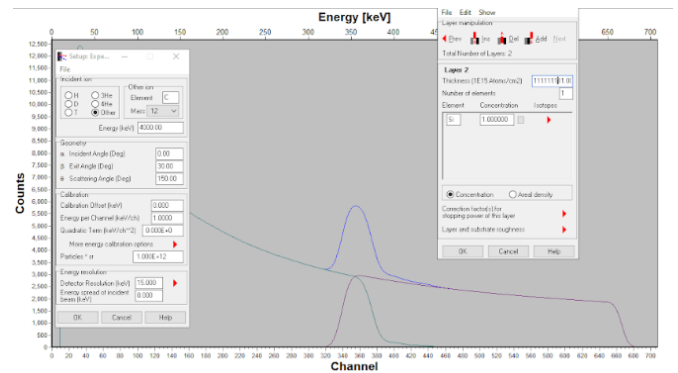


Fig. (28). Simulación para bombardeo con Carbono 12, donde los colores corresponden a: Azul – Simulación, Violeta – Aluminio, Verde – Silicio.

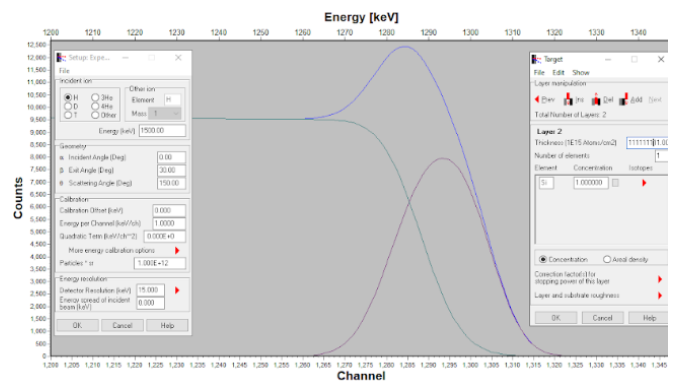


Fig. (29). Simulación para bombardeo con protones, donde los colores corresponden a: Azul – Simulación, Violeta – Aluminio, Verde – Silicio.

Posterior a las simulaciones se realizó el experimento en el LEMA. Los resultados obtenidos tras la caracterización RBS con protones se muestran en la figura 30. En dicha gráfica

se presentan los datos experimentales acompañados de la simulación con los datos esperados.

Se pensaba que se tenía un sustrato de silicio de grosor muy superior a la película delgada formada en su superficie, misma que estaría compuesta en su totalidad del aluminio depositado del blanco. Si bien se observa una concordancia de los datos con la simulación en gran parte del espectro, el pico correspondiente al argón no encajaba del todo, además de notarse otro antes de ese no previsto inicialmente.

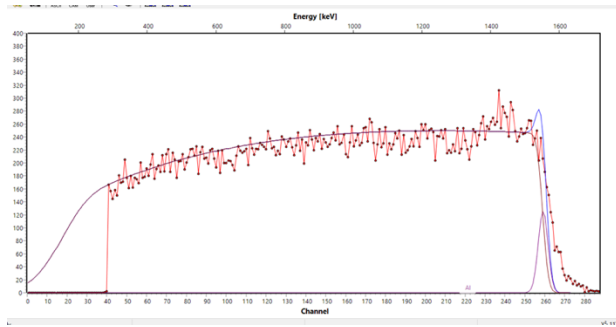


Fig. (30). Primera simulación para bombardeo con protones (Gráfica azul), acompañada de los valores experimentales correspondientes a los puntos rojos.

Para la segunda simulación, para la capa del sustrato se consideró que podría ser no totalmente lisa, pudiéndose depositar Aluminio y oxígeno, es decir, óxidos de aluminio formando una capa mixta. Se consideró que esta capa sería 90% silicio y el 10% a concentraciones iguales de Aluminio y oxígeno, correspondiente al óxido ya mencionado.

En el caso de la película, como ya fue mencionado previamente, también se consideró que en lugar de depositarse aluminio puro la película correspondería también a óxido de aluminio. Consideramos una concentración de 60% oxígeno y 40% aluminio. Si bien aquí mejoró bastante el ajuste, se añadió a las consideraciones que la capa superficial con concentraciones altas de oxígeno podría no ser visible para el perfilómetro óptico, cambiando el grueso de la película a 350 nanómetros.

Todas las hipótesis anteriores dieron como resultado la creación de la figura 31, mejorando la concordancia entre la simulación y el experimento.

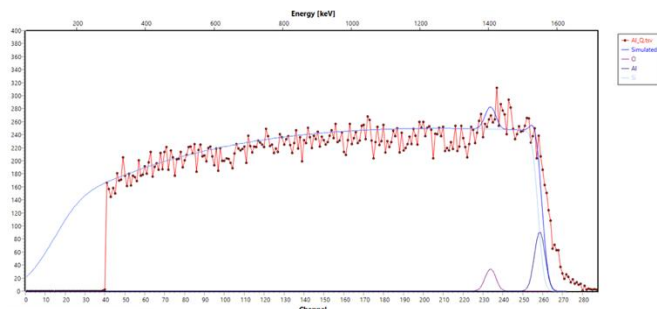


Fig. (31). Segunda simulación para bombardeo con protones (Gráfica azul), acompañada de los valores experimentales correspondientes a los puntos rojos.

Mean Free Path Calculation

Para poder obtener los valores de Mean Free Path, se utilizó la teoría detallada en el marco teórico, donde hyperphysics para facilitar la entrada y el procesamiento de datos. Para esto se utilizaron los resultados obtenidos de los parámetros del primer y segundo deposito, además de otras entradas dadas por la teoría.

Para el primer deposito se obtuvo que se tenía un camino libre medio de $\lambda = 1.3153184612704627 \times 10^{-7} \text{ m}$ que es 3.868583709619008 veces el diámetro molecular y 1.4990393810535976 veces la separación molecular media de $0.8774408984145521 \times 10^{-7} \text{ m}$.

Para el segundo deposito se obtuvo que se tenía un camino libre medio de $\lambda = 0.4115962531866754 \times 10^{-7} \text{ m}$ que es 1.2105772152549277 veces el diámetro molecular y 0.6909395300207102 veces la separación molecular media de $0.5957051743360787 \times 10^{-7} \text{ m}$.

Estos resultados los podemos apreciar en las figuras mostradas a continuación,

Mean Free Path Calculation

The [mean free path equation](#) depends upon the temperature and pressure as well as the molecular diameter.

For pressure $P_0 = .046$ mmHg = 0.00181094 inHg = 0.00613131 kPa

and temperature $T = 300$ K = 26.8500000 C = 80.3300000 F,

Molecules of diameter 340 x 10^{-10} meters (angstroms)

should have a mean free path of $\lambda = \frac{RT}{\sqrt{2}\pi d^2 N_A P} = 1.315318 \times 10^{-7} \text{ m}$

which is 3.8685837 times the molecular diameter

and 1.49903938 times the average molecular separation of $0.877440898 \times 10^{-7} \text{ m}$.

Fig. (32). Mean Free Path Calculation primer deposito.

Mean Free Path Calculation

The [mean free path equation](#) depends upon the temperature and pressure as well as the molecular diameter.

For pressure $P_0 = .147$ mmHg = 0.00578715 inHg = 0.01959355 kPa

and temperature $T = 300$ K = 26.8500000 C = 80.3300000 F,

Molecules of diameter 340 x 10^{-10} meters (angstroms)

should have a mean free path of $\lambda = \frac{RT}{\sqrt{2}\pi d^2 N_A P} = 0.411596 \times 10^{-7} \text{ m}$

which is 1.21057721 times the molecular diameter

and 0.69093953 times the average molecular separation of $0.595705174 \times 10^{-7} \text{ m}$.

Fig. (33). Mean Free Path Calculation Segundo deposito.

En ambos depósitos, el camino libre medio (λ) es mayor que el diámetro molecular, lo que indica que las moléculas tienen espacio suficiente para recorrer cierta distancia antes de chocar con otra molécula.

En el primer depósito, λ es 1.5 veces la separación molecular media, lo que sugiere que las colisiones no son extremadamente frecuentes. Esto es consistente con condiciones de menor densidad o presión más baja.

En el segundo depósito, λ es 1.069 veces la separación molecular media, indicando un medio más denso donde las colisiones son más frecuentes.

Lo cual tiene sentido con la variación de parámetros que realizamos en los depósitos.

4. Conclusiones

Se logró de forma exitosa los 2 depósitos de películas de aluminio en la cámara de vacío utilizada para Sputtering, a la cual se le implemento un equipo de High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS) esto en el laboratorio de Stephen Muhl del Instituto de investigaciones en materiales de la UNAM. Dichos depósitos nos permitieron comprender el proceso de High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS) y hacer uso del equipo para variar parámetros.

De los depósitos se realizaron caracterizaciones para conocer propiedades y resultados obtenidos de los parámetros de la experimentación, entre los cuales se encontraban Perfilometría, X-ray diffraction (XRD) y Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS).

De donde se realizaron 2 caracterizaciones por perfilometría óptica, una para cada deposito, en la que obtuvimos una película con de grosor irregular con espesor promedio de entre 3 – 5 nm y otra con grosor más regular que rondaba entre 280-300 nm. Logramos apreciar que para la segunda caracterización se tuvo un grosor entre 50 y 100 veces mayor que a la de la primera.

Con la caracterización difracción de rayos X (XRD), logramos identificar que la estructura de la muestra era amorfa, tras comparar en la bibliografía con los resultados que esperaríamos para una estructura cristalina formada de aluminio, no se lograron identificar los picos característicos en la gráfica.

Por último, con la caracterización de Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS), comprobamos que la composición de la película correspondía a una concentración de cerca del 60% de oxígeno y el resto de aluminio, teniendo además del aluminio en sí, óxido de aluminio depositado sobre las obleas de silicio.

5. Referencias

- [1] Cruz, J., Sanginés, R., Abundiz-Cisneros, N., Aguila-Muñoz, J., Muhl, S., & Machorro-Mejía, R. (2019). Modeling the thickness distribution of silicon oxide thin films grown by reactive magnetron sputtering. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 52(49), 495201. <https://doi.org/10.1088/1361-6463/ab3e9e>
- [2] Lundin, D. (2010). The HiPIMS Process [Doctoral thesis, Linköpings universitet, Plasma och beläggingsfysik]. <http://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:liu:diva-56748>
- [3] Aijaz, A. (2012). HiPIMS-based Novel Deposition Processes for Thin Films [Licentiate thesis, Linköpings universitet, Plasma och beläggingsfysik]. <http://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:liu:diva-78728>
- [4] Samuelsson, M., Lundin, D., Jensen, J., Raadu, M. A., Gudmundsson, J. T., & Helmersson, U. (2010). On the film density using high power impulse magnetron sputtering. *Surface and Coatings Technology*, 205(2), 591–596.
- [5] Hughes, M. (2016, November 26). *What is DC Sputtering?* Semicore Equipment Inc. <https://www.semicore.com/news/94-what-is-dc-sputtering>
- [6] Kurt J. Lesker Company. (2016). Lesker.com. <https://www.lesker.com/blog/high-power-impulse-magnetron-sputtering-hipims>
- [7] *Nondestructive Evaluation Physics : Magnetism*. (2025). Nde-Ed.org. <https://www.nde-ed.org/Physics/Magnetism/HysteresisLoop.xhtml>
- [8] Kulkarni, R., Rastogi, P., Van der Jeught, S., & Dirckx, J. J. (2016). Real-time structured light profilometry: a review. *Optics and Lasers in Engineering*.
- [9] Furtado, S. C., Srinivasan, B., Jayaraman Anbu, & Abraham, S. (2023). Lyophilized biocomposite chitin-alginate matrices for wound healing application. *Materials Today Proceedings*. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.03.803>
- [10] Blum, R., & Pal Molian. (2009). Liquid-phase sintering of nanodiamond composite coatings on aluminum A319 using a focused laser beam. *Surface and Coatings Technology*, 204(1-2), 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.06.025>
- [11] MABILLEAU, G., & SABOKBAR, A. (2008). In vitro biological test methods to evaluate bioresorbability. *Degradation Rate of Bioresorbable Materials*, 145–160. <https://doi.org/10.1533/9781845695033.3.145>

- [12] F.E. Hizir, Ural, S. O., E.C. Kumbur, & Mench, M. M. (2009). Characterization of interfacial morphology in polymer electrolyte fuel cells: Micro-porous layer and catalyst layer surfaces. *Journal of Power Sources*, 195(11), 3463–3471.
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2009.11.032>
- [13] Uzoagba, C. E. J., Okoroigwe, E., Kadivar, M., Anye, V. C., Bello, A., Ezealigo, U., Odette Ngasoh, F., Pereira, H., & Azikiwe Onwualu, P. (2024). Characterization of Wood, Leaves, Barks, and pod wastes from *Prosopis africana* biomass for biofuel production. *Waste Management Bulletin*, 2(3), 172–182.
<https://doi.org/10.1016/j.wmb.2024.07.007>
- [14] Amorim, V. S. O., Calligaris, G. A., Cardoso, L. P., Paesano, A., & Valença, G. P. (2023). Thickness determination of multiphase layer via combined Rietveld and Grazing Incidence X-ray diffraction approach. *Thin Solid Films*, 770, 139756–139756.
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2023.139756>
- [15] Marcelli, A., Spataro, B., Sarti, S., V.A. Dolgashev, S. Tantawi, Yeremian, D. A., Higashi, Y., Parodi, R., Notargiacomo, A., Xu, J., Cappuccio, G., Gatti, G., & G. Cibir. (2014). Characterization of thick conducting molybdenum films: Enhanced conductivity via thermal annealing. *Surface and Coatings Technology*, 261, 391–397.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.10.050>
- [16] Kumar, P. S., Pavithra, K. G., & Naushad, Mu. (2019). Characterization techniques for nanomaterials. *Nanomaterials for Solar Cell Applications*, 97–124. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-813337-8.00004-7>
- [17] Murthy, N. S., V.B. Damodaran, Lee, S. H., Hwang, A. S., & Sung, H.-J. (2016). Characterization of thin films for biomedical applications. *Elsevier EBooks*, 81–115.
<https://doi.org/10.1016/b978-1-78242-453-6.00005-5>
- [18] N.R. Nené, Vieira, A., & Barradas, N. P. (2006). Artificial neural network analysis of RBS and ERDA spectra of multilayered multielemental samples. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B Beam Interactions with Materials and Atoms*, 246(2), 471–478.
<https://doi.org/10.1016/j.nimb.2006.01.016>
- [19] Fang, N., Birch, R., & Britton, T. B. (2022). Optimizing broad ion beam polishing of zircaloy-4 for electron backscatter diffraction analysis. *Micron*, 159, 103268.
<https://doi.org/10.1016/j.micron.2022.103268>
- [20] Mean Free Path, Molecular Collisions. (2025). Gsu.edu. <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/Kinetic/menfre.html#c1>

6. Anexo

Guía de pasos para depositar

1. Abrir agua.
2. Revisar que estemos trabajando en el canal 2.
3. Abrir tanque de gas, abajo y luego arriba, revisar si alguien más está o va a trabajar con el gas.
4. Abrir válvula V4 antes de controlador, verificar que el resto esté cerrado,
5. Abrir válvula V8
6. Encender el canal del controlador del flujo, en este caso CANAL 2.
7. Encender la fuente de voltaje y conectar multímetros.
8. Establecer presión de trabajo, aquí bajamos la válvula V6, entre más cerrada mayor presión y viceversa.
9. Verificar distancia B-S, para 5cm tenemos 79cm en el tornillo milimétrico.
10. Establecer la potencia del plasma.
11. Encender la fuente y verificar que el shutter este puesto para el plasma cleaning.
12. Hacer plasma cleaning por 5 min.
13. Iniciar depósito con cronómetro, durante 15 minutos.
14. Después de 1 minuto, comenzar a medir los valores de voltaje y corriente, durante los últimos 20 segundos de depósito tomar última medición.

Guía de pasos para apagar y terminar depósito

1. Poner shutter en posición.
2. Abrir válvula V6
3. Apagar fuente de voltaje
4. Apagar flujo de argón.
5. Cerrar válvula V8
6. Cerrar válvula V4
7. Preguntar si alguien más va a usar gas argón, sino cerrar argón, primero arriba y luego abajo.
8. Esperar 15 minutos para apagar agua.
9. Apagar y desconectar multímetros.

Pasos para retirar depósito.

1. Verificar que la válvula V5 (correspondiente a la válvula que separa la cámara de la pre cámara) esté cerrada.
2. Abrir válvula V3 (Válvula de vacío de la pre cámara) para verificar que la presión se encuentre en $1 \times 10^{-3} \text{ T}$.
3. Cerrar válvula V3.
4. Inmediatamente abrir V5, verificar que no aumente mucho la presión.
5. Extraer sustrato con cuidado.
6. Cerrar válvula V5
7. Ventear con válvula V7, llegado al equilibrio
8. Abrir precámara y sacar brazo, repetir pasos de abrir precámara.

Más fotografías.



Fig. (32). Grasa utilizada para el acondicionamiento de la cámara.



Fig. (33). Colocación de muestras en el primer depósito.



Fig. (38). Nexview™ NX2 3D Optical Profiler

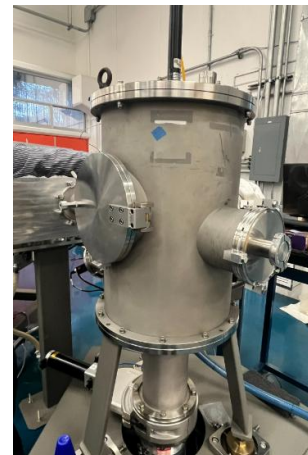


Fig. (39). Equipo utilizado para RBS en el LEMA.



Fig. (34). Material dispersado en el cristal de la cámara de vacío, tras finalizar el depósito.

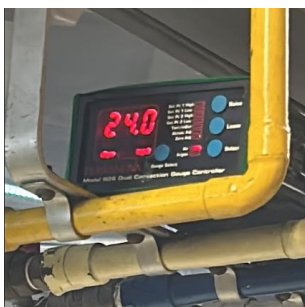


Fig. (35). Equipo utilizado para realizar las mediciones de presión.



Fig. (40). Válvula V5



Fig. (41). Válvula v3

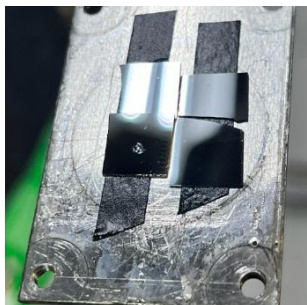


Fig. (36). Otra fotografía de las muestras de Silicio antes del primer depósito.



Fig. (37) vista del porta sustratos tras retirar las muestras

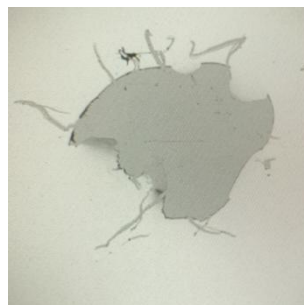


Fig. (42). Perfilometría óptica - primer depósito - 4

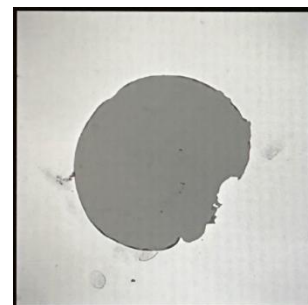


Fig. (43). Perfilometría óptica - segundo depósito - 4