

Estudio de películas delgadas de Al depositadas por High-Power Impulse Magnetron Sputtering

Jesús Diego Gómez Garnica, Marcos López Merino

Profesor: Julio César Cruz Cárdenas

25 de marzo de 2024

Resumen

Las películas delgadas de Al tienen aplicaciones en dispositivos electrónicos, almacenamiento de energía y recubrimientos protectores. Con el objetivo de estudiar la adherencia y morfología de películas de Al, se depositaron sobre sustratos de vidrio y silicio Si mediante High-Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS). Las películas se caracterizaron mediante perfilometría óptica (OP), microscopía electrónica de barrido (SEM) y pruebas de *scratch* (*Single Point Scratch Testing*). Los resultados mostraron un espesor promedio de 280 nm. Las pruebas de *scratch* revelaron una carga crítica de 0.1 N y 0.5 N, sugiriendo problemas de adherencia. Estos resultados subrayan la de técnicas complementarias para una caracterización adecuada de las películas de Al depositadas por esta técnica.

Palabras clave

HiPIMS, SEM, Scratch Test

I. INTRODUCCIÓN

Las películas delgadas son capas de material con espesores que van desde unos cuantos nanómetros hasta varios micrómetros y pueden encontrarse en revestimientos antirreflejantes para anteojos y hasta en chips de computadoras. Su ventaja radica en la combinación de las propiedades superficiales de la película delgada con las propiedades del material subyacente, lo que mejora las características químicas, mecánicas o eléctricas, entre otras. Existen múltiples técnicas para producir películas delgadas, tales como electrodeposición (*electroplating*), la evaporación, la pulverización catódica (*sputter deposition*), la deposición química de vapor (CVD, por sus siglas en inglés) y combinaciones de estas. En este trabajo nos enfocaremos en una técnica recientemente desarrollada llamada *high-power impulse magnetron sputtering* (HiPIMS) [1].

HiPIMS es un método de deposición física de vapor (*physical vapor deposition*, PVD) basado en la pulverización catódica con magnetrón (*direct current magnetron sputtering*, DCMS). Esta técnica utiliza densidades de potencias extremadamente altas, del orden de kW/cm^2 , en pulsos cortos de decenas de microsegundos. Las películas delgadas

depositadas por esta técnica dan como resultado películas más densas.

Las películas delgadas pueden caracterizarse mediante diversas técnicas para evaluar su crecimiento, calidad, entre otras características. Una de estas es la microscopía electrónica de barrido (*scanning electron microscopy*, SEM), que emplea un haz enfocado de electrones para escanear la superficie de una muestra punto por punto y examinarla con alta resolución. La interacción del haz de electrones con la superficie de la muestra da lugar a dos tipos distintos de electrones: electrones retrodispersados (*backscattered electrons*, BSE) y electrones secundarios (SE). Los BSE son electrones de alta energía provenientes del haz incidente del SEM que experimentan dispersión elástica con los núcleos atómicos de la muestra. En contraste, los SE son electrones de bajas energías emitidos desde la superficie cuando es irradiada con el haz de electrones, el cual transfiere su energía a los electrones atómicos a través de colisiones inelásticas que se emiten desde los primeros nanómetros de la superficie de la muestra debido a su limitada profundidad de penetración [2, 3]. Mediante la amplificación de la señal, es posible obtener imágenes topográficas de

la superficie de la muestra con facilidad. Además, se pueden obtener imágenes de la sección transversal, lo que permite analizar el grosor de la película y su microestructura.

Una prueba para evaluar las características mecánicas es la prueba de rayado (*scratch*), en la que un contracuerpo (*stylus*), se pone en contacto con la película. La muestra se coloca sobre una plataforma de alta precisión que la pone en contacto con la punta, moviéndola a una velocidad constante y aplicando una carga constante o progresiva. Es una prueba tribológica destinada a evaluar la integridad mecánica, modos de falla y la fuerza de adherencia de un recubrimiento [4].

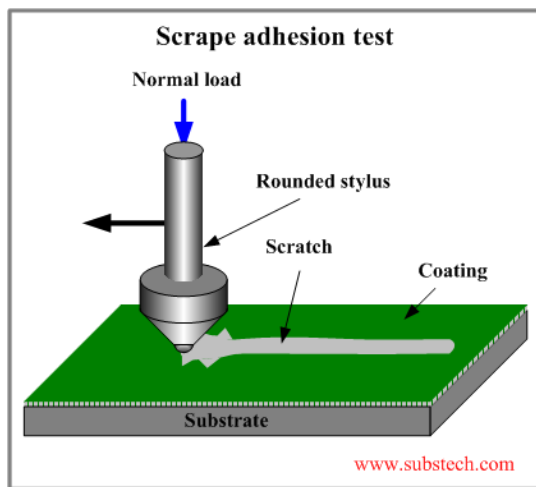


Figura 1. Esquema de una prueba de rayado. [5]

II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

A partir de las películas delgadas de Al depositadas depositadas por la técnica de HiPIMS en sustratos de Si y portaobjetos de vidrio se hicieron posteriormente pruebas para caracterizar la película delgada, así como medir el espesor del mismo.

II-A. Medición del espesor

Para medir el espesor de las películas se colocó una gota de pegamento a uno de los sustratos el cual posteriormente fue retirado, resultando en un cráter de altura igual al grosor de la película delgada, donde se realizó la medición usando la técnica de perfilometría óptica. El perfilómetro óptico utilizado fue el Nexview de la marca ZYGO.

II-B. Prueba de scratch

La prueba de *scratch* se realizó usando el tester mecánico NANOVEA CB500 en la película depositada en el portaobjetos de vidrio siguiendo la norma ASTM-1624. Esta se prueba se llevó a cabo a una temperatura 22.7°C utilizando un contracuerpo de hierro con cromo de 1 mm aplicando una carga progresiva de 0.01 N hasta 2.5 N y de 0.01 N hasta 1 N con una velocidad constante de 1 mm min^{-1} en una distancia de 5 mm.

II-C. SEM

Para la obtención de las imágenes SEM de la sección transversal y la superficie de la película depositada en Si se usó el microscopio JEOL JSM-6010LA, a una resolución de 20,000 x y 10,000 x respectivamente.

III. RESULTADOS Y ANÁLISIS

El grosor de la película al ser medida desde el perfilómetro óptico resultó no ser constante, este variaba significativamente en un promedio entre 250 nm a 300 nm , esto dificultó tener una fiabilidad al realizar la prueba de scratch.

Al ver la película con una resolución mayor por medio de un microscopio la película presentó zonas irregulares donde no había recubrimiento, sin embargo se procedió con la prueba, la fractura expuesta fue del tipo adhesiva, el material se abrió sobre la película y parte del mismo quedó sobre el contracuerpo de 1 mm de diámetro, utilizamos este mismo contracuerpo para realizar la segunda prueba de rayado, en este caso antes de romperse y adherirse al contracuerpo este dio saltos sobre la superficie, dejando el coeficiente de fricción con picos significativos.

IV. CONCLUSIONES

Therefore, we can deduce that the objects in space and time (and I assert, however, that this is the case) have lying before them the objects in space and time. Because of our necessary ignorance of the conditions, it must not be supposed that, then, formal logic (and what we have alone been able to show is that this is true) is a representation of the never-ending regress in the series of empirical conditions, but the discipline of pure reason, in

so far as this expounds the contradictory rules of metaphysics, depends on the Antinomies. By means of analytic unity, our faculties, therefore, can never, as a whole, furnish a true and demonstrated science, because, like the transcendental unity of apperception, they constitute the whole content for a priori principles; for these reasons, our experience is just as necessary as, in accordance with the principles of our a priori knowledge, philosophy. The objects in space and time abstract from all content of knowledge. Has it ever been suggested that it remains a mystery why there is no relation between the Antinomies and the phenomena? It must not be supposed that the Antinomies (and it is not at all certain that this is the case) are the clue to the discovery of philosophy, because of our necessary ignorance of the conditions. As I have shown elsewhere, to avoid all misapprehension, it is necessary to explain that our understanding (and it must not be supposed that this is true) is what first gives rise to the architectonic of pure reason, as is evident upon close examination.

REFERENCIAS

- [1] D. Lundin, «The HiPIMS Process,» Doctoral thesis, comprehensive summary, Linköping University Electronic Press, Linköping, 2010, 72 págs., ISBN: 978-91-7393-419-0 (ISBN). visitado 2 de jun. de 2010. dirección: <http://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:liu:diva-56748>.
- [2] «Which Electron Detector is Right for Your Application? — Nanoscience Instruments,» visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.nanoscience.com/blogs/which-electron-detector-is-right-for-your-application/>.
- [3] info. «Interpreting Images from Scanning Electron Microscopy,» Deringer Ney, visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://deringerney.com/interpreting-images-from-scanning-electron-microscopy/>.
- [4] A. S. T. M. International, «Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing,» vol. 15.01, DOI: 10.1520/C1624-05R15. visitado 15 de mar. de 2025. dirección: <https://www.astm.org/c1624-05r15.html>.
- [5] D. Kopeliovich, *Adhesion tests*. visitado 25 de mar. de 2025. dirección: https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?do=export_xhtml&id=adhesion_tests.
- [6] S. J. Bull, «Failure Mode Maps in the Thin Film Scratch Adhesion Test,» *Tribology International*, vol. 30, n.º 7, págs. 491-498, 1 de jul. de 1997, ISSN: 0301-679X. DOI: 10.1016/S0301-679X(97)00012-1. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301679X97000121>.
- [7] S. J. Bull, «Failure Modes in Scratch Adhesion Testing,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 50, n.º 1, págs. 25-32, 1 de ene. de 1991, ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/0257-8972(91)90188-3. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0257897291901883>.
- [8] M. C. R. Guimarães et al., «On the Effect of Aluminum on the Microstructure and Mechanical Properties of CrN Coatings deposited by HiPIMS,» *Materials Research*, vol. 21, e20170848, 12 de abr. de 2018, ISSN: 1516-1439, 1980-5373. DOI: 10.1590/1980-5373-MR-2017-0848. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.scielo.br/j/mr/a/BrxLcZBxTkfJ3VSfLH9SPGM/?lang=en>.
- [9] J. Guljakow y W. Lang, «Adhesion of HIPIMS-Deposited Gold to a Polyimide Substrate,» *Coatings*, vol. 13, n.º 2, pág. 250, 2 feb. de 2023, ISSN: 2079-6412. DOI: 10.3390/coatings13020250. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.mdpi.com/2079-6412/13/2/250>.
- [10] Y. R. Herrero, K. L. Camas y A. Ullah, «Chapter 4 - Characterization of Biobased Materials,» en *Advanced Applications of Biobased Materials*, S. Ahmed y Annu, eds., Elsevier, 1 de ene. de 2023, págs. 111-143, ISBN: 978-0-323-91677-6. DOI: 10.1016/B978-0-323-91677-6.00005-2. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780323916776000052>.
- [11] K. J. L. C. Innovate. «High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS),» High Power Impulse Magnetron Sputtering (HIPIMS), visitado 15 de mar. de 2025. di-

- rección: <https://www.lesker.com/blog/high-power-impulse-magnetron-sputtering-hipims>.
- [12] D. Kopeliovich. «Adhesion Tests,» visitado 25 de mar. de 2025. dirección: https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?do=export_xhtml&id=adhesion_tests.
- [13] C. J. Martínez-González, M. F. Flores-Jiménez, D. I. Bravo-Barcenas, O. Jiménez-Alemán y M. Flores-Martínez, «Mechanical and Tribological Properties of the CrAl/CrAlN and CrAl/CrAlN-(a-CN_x) Multilayers Deposited by HIPIMS,» *Coatings*, vol. 13, n.º 8, pág. 1344, 8 ago. de 2023, ISSN: 2079-6412. DOI: 10.3390/coatings13081344. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.mdpi.com/2079-6412/13/8/1344>.
- [14] O. Reyes-Carcaño, J. Martínez-Trinidad, A. Meneses-Amador, G. A. Rodríguez-Castro, I. Campos-Silva y U. Figueroa-López, «Scratch Test in Boride Layers: Influence of Indenter Tip Radius on Failure Mechanisms,» *Materials Letters*, vol. 315, pág. 131918, 15 de mayo de 2022, ISSN: 0167-577X. DOI: 10.1016/j.matlet.2022.131918. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X22002713>.
- [15] A. L. E. X. A. N. D. E. R. RUDEN, J. M. GONZÁLEZ, J. S. RESTREPO, M. F. CANO y F. E. D. E. R. I. C. O. SEQUEDA, «TRIBOLOGY OF ZrN, CrN AND TiAlN THIN FILMS DEPOSITED BY REACTIVE MAGNETRON SPUTTERING,» *DYNA*, vol. 80, págs. 95-100, 2013, ISSN: 0012-7353.
- [16] T. Sander, S. Tremmel y S. Wartzack, «A Modified Scratch Test for the Mechanical Characterization of Scratch Resistance and Adhesion of Thin Hard Coatings on Soft Substrates,» *Surface and Coatings Technology*, Proceedings of the 38th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF), vol. 206, n.º 7, págs. 1873-1878, 25 de dic. de 2011, ISSN: 0257-8972. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2011.08.035. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897211008450>.
- [17] «Scanning electron microscope (SEM) — Definition, Images, Uses, Advantages, & Facts — Britannica,» visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.britannica.com/technology/scanning-electron-microscope>.
- [18] W. Tillmann, D. Grisales, D. Stangier y T. Butzke, «Tribomechanical Behaviour of TiAlN and CrAlN Coatings Deposited onto AISI H11 with Different Pre-Treatments,» *Coatings*, vol. 9, n.º 8, pág. 519, 8 ago. de 2019, ISSN: 2079-6412. DOI: 10.3390/coatings9080519. visitado 14 de mar. de 2025. dirección: <https://www.mdpi.com/2079-6412/9/8/519>.
- [19] «Tribology - What Is Tribology — STLE,» visitado 13 de mar. de 2025. dirección: https://www.stle.org/files/About_STLE/Tribology/files/What_is_tribology/Tribology.aspx.