



ITESO, Universidad
Jesuita de Guadalajara

Depósito de películas delgadas mediante síntesis de pulverización catódica (Sputtering)

Gamboa Eliud, Herrera Juan, Islas Diego

Departamento de Matemáticas y Física, ITESO, Periférico Sur Manuel Gómez Morín # 8585 C.P. 45604 Tlaquepaque, Jalisco, México

Resumen

La técnica de pulverización catódica (sputtering) se utiliza ampliamente para la síntesis de películas delgadas debido a su capacidad para depositar materiales con alta uniformidad y control sobre sus propiedades físicas y químicas. Este método implica el bombardeo de un blanco sólido con iones generados en un plasma de gas noble, como el argón, para transferir átomos al sustrato y formar la película. En este estudio, se sintetizaron películas delgadas de Ta₂O₅ utilizando un Sputtering marca Intercovamex. Se evaluaron parámetros clave como la potencia, la tasa de depósito, la presión y el tiempo de depósito.

Las muestras se analizaron con un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) y un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). El AFM se utilizó para medir diferencias de altura y rugosidad en áreas específicas de las muestras, mientras que el SEM permitió evaluar la presencia de material y medir el grosor de las películas. Los resultados mostraron que los espesores obtenidos fueron cercanos a los valores nominales, aunque con algunas desviaciones estándar debido a limitaciones en la magnificación del SEM.

El análisis de EDS confirmó la composición porcentual de los óxidos presentes en las muestras. También se obtuvo el espectro de luz visible de las películas, mostrando un pico a una longitud de onda entre 350 y 370 nm, coincidiendo con estudios previos. Los autores participaron activamente en la preparación de las muestras, la manipulación de equipos y la caracterización de las películas, además de colaborar en la redacción y revisión del manuscrito.

1. Introducción

La técnica de pulverización catódica (sputtering) es un método ampliamente utilizado para la síntesis de películas delgadas, con varias aplicaciones en campos como la electrónica, óptica y ciencia de materiales. Este proceso se basa en el bombardeo de un blanco sólido con iones energéticos generados en un plasma, típicamente de un gas noble como el argón, que desprenden átomos del material del blanco hacia un sustrato donde se forma la película delgada. El uso de argón, un gas químicamente inerte, es común para evitar reacciones químicas no deseadas durante el proceso (1).

Una de las principales ventajas del sputtering es su versatilidad para depositar diversos materiales, incluidos metales, óxidos y compuestos. El hecho de utilizar un gas inerte como el argón permite enfocarse en otros parámetros clave, como la presión del plasma, la potencia aplicada y la distancia entre el blanco y el sustrato. Estos factores influyen directamente en la densidad y uniformidad de las películas, así como en su adherencia al sustrato. Además, esta técnica es particularmente efectiva para depositar materiales metálicos y cerámicos, siendo ideal para aplicaciones en recubrimientos protectores, ópticos y electrónicos (2).

En este trabajo, se realizó la síntesis de películas delgadas de Ta₂O₅ mediante pulverización catódica utilizando exclusivamente argón como gas de trabajo.

Materiales y métodos

En esta práctica, se empleó el método de síntesis de películas delgadas por medio de pulverización catódica, utilizando un Sputtering marca Intercovamex. Este proceso, basado en la transferencia de material desde un blanco sólido hacia un sustrato mediante bombardeo iónico en un plasma, permite la deposición de recubrimientos con alta uniformidad y control sobre sus propiedades físicas y químicas (3).

Parámetros	Ta ₂ O ₅
Presión de trabajo	2.6 × 10 ⁻³ Torr
Taza de depósito	0.2 - 0.3 k Å/s
Presión Base	4.7 × 10 ⁻⁶ Torr
Tiempo de depósito	13 min 18 s
Espesor Teórico	20 nm
Espesor Real	70 nm

Tabla 1. Parámetros de deposición

Se analizaron las muestras tanto en el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) modelo Agilent 5420, como en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) modelo JEOL JSM-6010LA para contrastar la información obtenida en ambas.

Para la caracterización en el AFM, se empleó el método de modo contacto para analizar las diferencias de altura en imágenes de áreas de 5 μm x 5 μm, mediante la generación de una rayadura sobre la capa. Para medir la rugosidad de las muestras se analizó en un área de 10 μm x 10 μm.

Capa	Espesor promedio	Desviación estándar	Rugosidad RMS	Rugosidad promedio
Ta ₂ O ₅	80.82 nm	6.14nm	868.3 pm	682,2 pmnm
Ag/ Cr/ Ta ₂ O ₅	200.76 nm	14.68 nm	2.45 nm	1.98 nm

Tabla 2. Espesores obtenidos mediante AFM

En el caso de la caracterización por SEM, se realizaron mediciones tanto de frente como de perfil de las obleas de silicio. Esto permitió analizar la existencia del material depositado mediante EDS en la muestra de frente, y evaluar el grosor de la película en la muestra montada de perfil. Posteriormente, los datos obtenidos de estas caracterizaciones se analizaron con el programa “Gwyddion” para interpretar y graficar los resultados, facilitando una observación más clara y visual de las propiedades de las películas.

Del análisis en SEM también fue posible obtener los espesores promedios muy cercanos a los valores nominales y los medidos en AFM, pero con desviaciones estándar altas, esto debido al limitado rango de magnificaciones en que es capaz de trabajar. Esto dificultó las mediciones del espesor debido a la deformación en la imagen y bajo enfoque.

Resultados y discusión

Mediante AFM se logró obtener tanto el espesor promedio de la monocapa, así como el de la tricapa con valores bastante aproximados a los nominales, mediante la selección de 5 secciones de la que se promediaron las alturas a lo largo de la rayadura como se muestra en la figura 1.

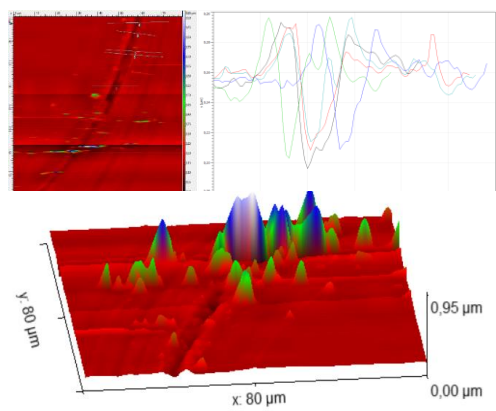


Figure 1a) Imagen topográfica de la monocapa de Ta₂O₅ generada por AFM, donde se pueden notar las secciones mediante las cuales se promedió la altura de la película, b) representación 3D de la misma muestra. c) Grafica de distribución de alturas de cada sección

Además, se calcularon las rugosidades RMS y promedio de cada una. Sin embargo, estos valores para la monocapa tienen que ser descartados porque están completamente fuera del contexto de las mediciones. Se cree que puede ser consecuencia de ruido, o alguno otro artefacto en la imagen como se observa en la figura 2 en comparación de la imagen de la tricapa. Los datos obtenidos para la rugosidad de la tricapa, a la hora de compararlos con otros trabajos consultados como [5] y [6], parecen ser valores elevados. Esto se puede deber al factor de la tricapa, puesto que, en el caso de estos otros estudios, solo se realizó el depósito de una capa de Ta₂O₅ o de TiO₂. Si comparamos la rugosidad obtenida en la monocapa, esta encaja más con los valores obtenidos en dichos estudios, pero no se puede confiar del todo en los valores obtenidos debido a lo ya mencionado anteriormente.

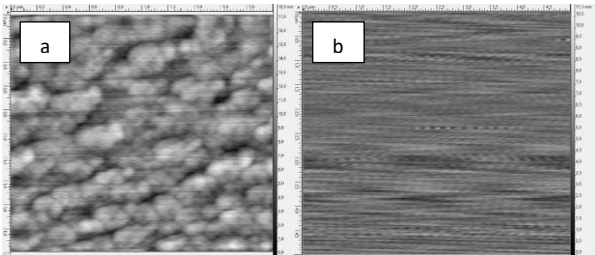


Figure 2. a) imagen 2 x 2 μm de la tricapa, es posible observar claramente la estructura granular. b) imagen 5x 5 μm monocapa, se puede observar el ruido en la imagen que impidió la obtención de las rugosidades

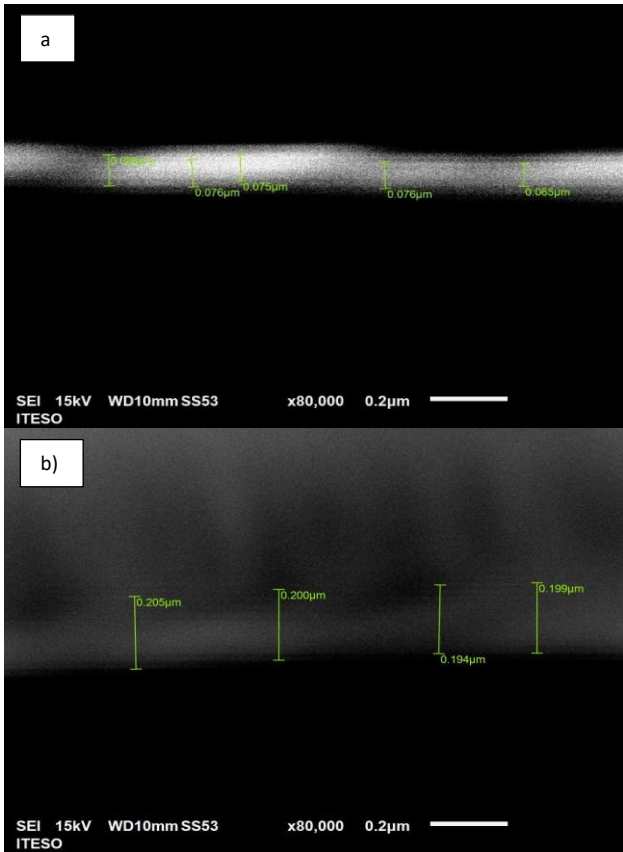


Figure 3. a) Imagen lateral de SEM de la monocapa de ta2O5. b) imagen lateral de de la tricapa tomada mediante SEM. Es posible observar en ambas imágenes las irregularidades de la imagen y el bajo enfoque

Estudios como los realizados por Pan et al. (2018) indican que implementar una mayor temperatura de trabajo, puede incrementar ligeramente la rugosidad debido a cambios en la densidad de empaquetamiento y la oxidación de la película [5].

Del análisis en SEM también fue posible obtener los espesores promedios muy cercanos a los valores nominales y los medidos en AFM, pero con

desviaciones estándar altas, esto debido al limitado rango de magnificaciones en que es capaz de trabajar. Esto dificultó las mediciones del espesor debido a la deformación de la imagen y bajo enfoque.

capa	Espesor promedio	Desviación estándar
Ta ₂ O ₅	76 nm	7.3 nm
Ag/ Cr/ Ta ₂ O ₅	199.5 nm	3.9 nm

Tabla 3. Espesores medidos en SEM

Conclusión

Por medio del análisis EDS fue posible obtener la composición porcentual de cada una de las muestras como óxidos y se descargaron los datos en la Tabla 4.

óxido	Ta ₂ O ₅	Ag/Cr/ Ta ₂ O ₅
SiO ₂	51.35	31.23
Ta ₂ O ₅	48.65	34.71
Cr ₂ O ₃	-	24.04
Ag ₂ O	-	10.02
total	100	100

Tabla 4. Composición obtenida por EDS

Finalmente se obtuvo el espectro de luz visible de la película, como se observa, se obtuvo un pico a una longitud de onda de entre 350 y 370 nm que concuerda por lo medido por Piret et al. (2008) como se muestra en la figura 4

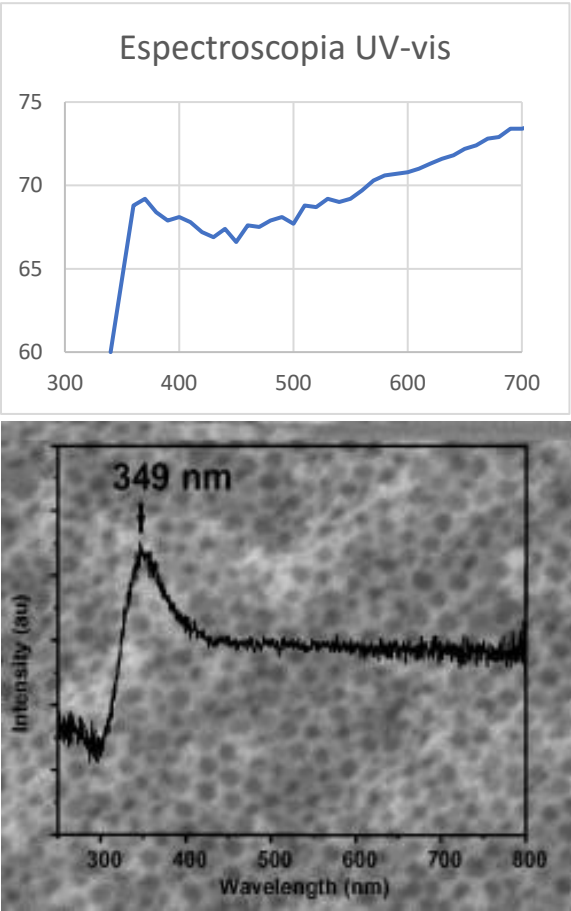


Figure 4. Gráfica de espectroscopia

La pulverización catódica demostró ser un método efectivo para la síntesis de películas delgadas de Ta₂O₅, proporcionando recubrimientos uniformes y controlables. Las técnicas de AFM y SEM fueron esenciales para caracterizar las propiedades morfológicas y estructurales de las películas, permitiendo obtener datos precisos sobre el espesor y la composición. Los resultados obtenidos son consistentes con estudios previos, validando la eficacia de los métodos y parámetros utilizados en esta investigación. La participación activa de todos los autores en las tareas de laboratorio y el análisis de datos fue crucial para el éxito del estudio.

Declaración de contribución de autoría

Gamboa Eliud se encargó de la generación de gráficos y el análisis de resultados. Herrera Juan realizó la introducción, discusiones y la búsqueda de datos. Islas Diego contribuyó con la investigación previa, la definición de objetivos y metodología. Además, todos los autores participaron activamente en las tareas de laboratorio. Todos los autores colaboraron en la redacción y revisión del manuscrito. Todos aprobaron la versión final del documento.

Referencias

[1] Alfonso, E., Olaya, J., & Cubillos, G. (2012). Thin film growth through sputtering technique and its applications. In InTech eBooks. <https://doi.org/10.5772/35844>

[2] Slamet Widodo. (2015). Characterization of Thin film nickel (Ni) deposition by sputtering method. In Ndsu (ISSN 2348 – 7968). Research Center for Electronic & Telecommunications (PPET-LIPI). https://www.ndsu.edu/pubweb/~qifzhang/Tech_Sputter-02.pdf

[3] Dominguez, D. L., Romero, C. O., Pirruccio, G., Aguirre, F. M. A., & Valencia, A. K. B. (2021, Sept 17). Fabricacion de un magnetron sputtering para deposito

de películas nanométricas magnéticas. arXiv.org.

<https://arxiv.org/abs/2109.08649>

[4] Piret, F., Singh, M., Takoudis, C., & Su, B. (2008). Optical properties in the UV range of a Ta₂O₅ inverse opal photonic crystal designed by MOCVD. *Chemical Physics Letters*, 453(1-3), 87-91.

<https://doi.org/10.1016/j.cplett.2008.01.021>

[5] Lv, Q., Huang, M., Zhang, S., Deng, S., Gong, F., Wang, F., Pan, Y., Li, G., & Jin, Y. (2018). Effects of annealing on residual stress in TA₂O₅ films deposited by dual ion beam sputtering. *Coatings*, 8(4), 150.

<https://doi.org/10.3390/coatings8040150>

[6] Daughtry, J., Alotabi, A. S., Howard-Fabretto, L., & Andersson, G. G. (2020). Composition and properties of RF-sputter deposited titanium dioxide thin films. *Nanoscale Advances*, 3(4), 1077–1086.

<https://doi.org/10.1039/d0na00861c>