

# Montaje para sistema de Pulsed Laser Deposition (PLD)

Ian Gross Sánchez, Ignacio Moraga Silva y Vicente Ramírez Valenzuela  
 Pontificia Universidad Católica de Chile  
 Segundo semestre 2024

**Resumen**—El presente informe abarca la realización de un montaje para Pulsed Laser Deposition (PLD) con tal de poder sintetizar películas delgadas ferromagnéticas. Para ello. Los principales objetivos consistieron en llevar a cabo dicho montaje, adaptable para láseres de diversas longitudes de onda, diseño y confección de piezas relevantes para lo anterior, accionamiento de sistemas de monturas para el objetivo y sustrato e implementación de la óptica necesaria. Para ello, luego de realizar una extensa revisión bibliográfica, en base a ella se conformó el montaje experimental requerido para lograr una deposición de YIG sobre GGG (YIG/GGG). En el proceso se tuvo que adaptar la propuesta teórica a un *setup* realizable con los implementos de laboratorio disponibles. Concretamente, la óptica consistió de espejos planos, lente convergente y un láser de laboratorio con longitud de onda de 1064 nm, alineado con uno de 532 nm. Sobre uno de los espejos se instalaron motores stepper para ajustar su inclinación. En el interior de la cámara se dispuso el objetivo y sustrato, cada uno en su respectiva montura unida a vástagos de manufactura propia que permitieron dejarlos uno al frente del otro, separados por 4 cm. La cámara fue provista de un medidor de presión, una válvula para regularla, una bomba mecánica para alcanzar vacío, y un motor rotatorio que permitió rotar el objetivo. Con ello, se logró llevar a cabo una deposición preliminar de YIG/Si con la cual se logró visualizar una película delgada amorfa pero con características magnéticas, esto comprobado a través de una prueba MOKE. Ahora bien, el procedimiento realizado se alejó de la teoría, por tanto se reportaron diversas fuentes de error, por nombrar algunas, la utilización de Si y no de GGG como sustrato, la pérdida de energía del láser en el objetivo producto de la óptica y la carencia de alto vacío más una alta temperatura en la cámara de vacío. No obstante a los errores identificados, se lograron los objetivos planteados al tenerse un montaje experimental funcional que permitió obtener resultados preliminares. Por ello, es menester encontrar soluciones a modo de trabajo futuro para obtener resultados realmente útiles para otras investigaciones.

## I. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

### A. Motivación

**L**a síntesis de películas delgadas es de interés para diversas áreas de la física. Por un lado, la spintrónica se centra en estudiar el spín intrínseco del electrón. Manipular los estados de spín mencionados permitiría acelerar considerablemente la operación de circuitos integrados, junto con otorgarles un bajo consumo energético [1]. Por otro lado, la fotónica centra sus esfuerzos en el estudio y manipulación de la luz, entendida como un conjunto de fotones, esto mediante dispositivos electrónicos [2].

Algunas aplicaciones que requieren de películas delgadas magnéticas serían, para el área de la spintrónica, dispositivos

de procesamiento y transmisión de datos, donde destacan las *Skyrmion Racetrack Memory*. Estas memorias se basan en estructuras magnéticas pequeñas que surgen en películas delgadas magnéticas [3]. Mientras que, en fotónica, se tienen los *Optical Isolators*, componentes fundamentales en *Photonics Integrated Circuits* (PICs) sobre sustratos semiconductores. Nuevamente, estos dispositivos que permiten la transmisión de la luz solo en una dirección definida empleando su polarización no recíproca, requieren de metales magnéticos dispuestos como películas delgadas para su operación [4].

Así, si bien se hizo mención de metales magnéticos, en concreto, son de interés los granates de hierro (o granates magnéticos), puesto que corresponden a materiales aislantes ferromagnéticos, que en general, presentan mejores propiedades en relación con otros aislantes magnéticos, lo cual los hace óptimos para disponerlos como películas delgadas para las aplicaciones anteriores [4]. Estas películas delgadas son de carácter sintético, y en particular pueden ser confeccionadas a través de la técnica de *Pulsed Laser Deposition* (PLD).

### B. Marco teórico

Las técnicas de *Physical Vapor Deposition* (PVD) son un conjunto de procesos en los que un material sólido se deposita sobre un sustrato. Dentro de dicho conjunto se encuentra el procedimiento de PLD. Esta es una técnica en la que un láser pulsado de alta energía se enfoca mediante una lente convergente sobre un material objetivo, en este caso, un granate de hierro, dispuesto en el interior de una cámara de vacío. Se espera para el láser que su densidad de potencia sea alta y su tiempo de pulsación sea pequeño, de tal modo que la interacción de esta radiación EM con los átomos del objetivo permita un calentamiento repentino de ellos, hasta llegar a ionizarlos y generar plasma. Se crea entonces, perpendicular a su superficie, una pluma de plasma que contiene el material ablacionado del objetivo. Este logra ser depositado sobre un sustrato dispuesto en una montura justo en frente del objetivo, permitiendo así sintetizar una película delgada y uniforme. Posterior a la deposición la caracterización de la muestra depositada puede realizarse con un *annealing* de alta temperatura para lograr un crecimiento cristalino [5]. Lo anterior puede ilustrarse en la Figura 1.

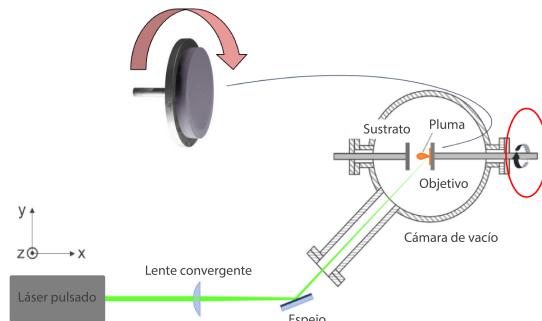


Fig. 1: Esquemático de montaje PLD. Adaptado de [6].

En la figura anterior puede verse que la montura del objetivo es rotada, lo cual es una solución para que la alta energía de incidencia no se concentre solo en un punto específico del objetivo, y así, evitar generar un cráter en su superficie. De acuerdo con [6], dentro de las múltiples configuraciones existentes, la estrategia empleada con mayor frecuencia para barrer el objetivo es mediante la acción conjunta de dos movimientos, uno de inclinación para el espejo y otro rotatorio para la montura que sostiene al objetivo. Idealmente, se recomienda emplear un objetivo circular [7]. Por un lado, el movimiento de inclinación del espejo en ángulo  $\varphi$  permite que el láser impacte al objetivo en sus bordes más cercanos y lejanos. Esto puede ilustrarse en la Figura 2, donde el punto 0 corresponde al centro del objetivo, mientras que A y B corresponden a los extremos de su superficie. El espejo por inclinar es M y la lente convergente es L. La distancia  $D_{LM}$  es crucial para el enfoque del láser sobre el espejo y la distancia  $w$  comprende el diámetro del objetivo.

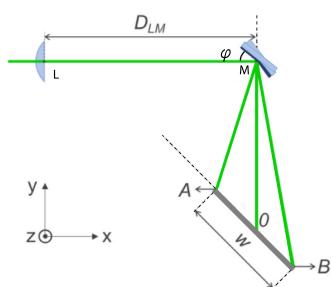


Fig. 2: Montaje para barrido del objetivo en función de la inclinación del espejo M. Adaptado de [6].

Por otro lado, el segundo movimiento, permite barrer una circunferencia dentro del objetivo. De esta manera, la combinación de dichos movimientos logra maximizar el área barrida en el objetivo, y por tanto, la cantidad de material ablacionado. Lo anterior puede ilustrarse en la Figura 3 donde, mediante un movimiento vertical para el láser incidente sobre el objetivo, sumado a su rotación, permitiría realizar múltiples barridos en forma de anillo.

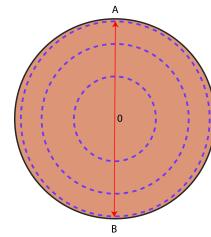


Fig. 3: Anillos generados en objetivo producto del barrido compuesto por dos movimientos. Los puntos A, B y 0 son los establecidos en la Figura 2.

Idealmente se espera que ambos movimientos se encuentren sincronizados. Adicionalmente, se puede permitir la rotación del sustrato con tal de aumentar la uniformidad de la película fina depositada [6].

En cuanto a parámetros importantes para la experimentación [5], se tienen:

- Material del objetivo (granate de hierro a utilizar).
- Temperatura y presión de vacío al interior de la cámara.
  - Alta presión conlleva a una película de baja densidad y amorfiza por baja deposición e impacto a baja energía, mientras que una baja presión conlleva a que partículas en el plasma impacten al sustrato con alta energía y suceda *sputtering*; plasma extrae fragmentos de sólido ya depositado como película. Lo anterior puede reducirse al limpiar y pulir la superficie del objetivo previo a la deposición [8].
  - Alta temperatura conlleva a películas cristalizadas, mientras que una baja temperatura conlleva a películas de carácter amorfico.
- Gas inserto en la cámara ( $O_2$  para películas delgadas ferromagnéticas).
- Distancia sustrato - objetivo (determina la cantidad de material depositado por unidad de área).
- $\lambda$  y densidad de energía por unidad de superficie ( $\frac{J}{cm^2}$ ) para el láser.
- Tiempo de pulsado y frecuencia de estos para el láser.
- Temperatura de *annealing* posterior a la deposición.

La inserción de gas en la cámara de vacío se realiza para dotar a la deposición de determinada estequiometría. Inicialmente, se comienza el proceso asegurando un entorno de alto vacío con presiones de orden  $10^{-6}$  Torr, para luego realizar el ingreso del gas mencionado. Si se buscan películas delgadas ferromagnéticas, comúnmente se adiciona  $O_2$  al entorno de deposición. Así, con este ingreso se llega a presiones parciales del orden de  $10^{-3}$  Torr para  $O_2$  y, luego, se desarrolla todo el proceso de deposición en un entorno caracterizado por dicho gas [9].

Lo anterior es un procedimiento que aplica para el material objetivo con el cual se realizó finalmente la deposición: *Yttrium Iron Garnet* (YIG o más específicamente  $Y_3Fe_5O_{12}$ ), aunque también es similar a lo requerido para otro tipo de

granate, *Thulium Iron Garnet* (TmIG o más específicamente  $Tm_3Fe_5O_{12}$ ). Sin perjuicio de lo anterior, el foco estará en la deposición de YIG sobre el sustrato de *Gadolinium Gallium Garnet* (GGG). Por su parte, el YIG presenta la menor constante de amortiguación de Gilbert ( $\alpha$ ) entre todos los materiales descubiertos o sintetizados. Un valor bajo de  $\alpha$  para una capa magnética permite propagar corrientes de spín a mayores distancias así como optimizar la velocidad de conmutación de momentos magnéticos [4]. Por tanto, es de gran interés su utilización de acuerdo con las aplicaciones mencionadas en el apartado I-A. En cuanto al sustrato de GGG, se ha demostrado ampliamente que las películas delgadas de YIG crecidas sobre estos sustratos tienen un desajuste de red con YIG puro de un 0.05%, es decir, muestran casi las mismas propiedades que el YIG monocrystalino, luego, se establece como el par objetivo/sustrato óptimo para deposición [4]. Así, de acuerdo con los estudios [9] y [10], presiones de oxígeno del orden de  $10^{-1}$  Torr producen resultados óptimos para la cristalización de la película en una deposición de YIG/GGG.

A partir de revisión de literatura, se pudo identificar que para la deposición YIG/GGG, parámetros base a emplear serían los presentados a continuación en la Tabla I.

Parámetros	
Objetivo/Sustrato	YIG/GGG
Presión de vacío (Torr)	$3.75 \cdot 10^{-6}$
Láser	KrF
Longitud de onda (nm)	248
Ancho de pulso (ns)	10 – 20
Energía del láser (mJ)	~ 300
Densidad de energía del láser ( $J/cm^2$ )	~ 2 ó 3
Número de disparos a determinada tasa (Hz)	15.000 a 10 [9] ó 40.000 a 10 [10]
Velocidad de rotación objetivo (rpm)	6
Área del sustrato (cuadrado) ( $cm^2$ )	1
Distancia objetivo - sustrato (cm)	4
Temperatura de crecimiento (°C)	700 – 850
Presión de crecimiento en $O_2$ (mTorr)	50 – 1000
Tiempo y temperatura de annealing (hrs y °C)	2 y 700 – 800

TABLE I: Parámetros para deposición YIG/GGG de acuerdo con [1], [9], [10] y [11].

La gran mayoría de los artículos que abordan esta deposición explicitan emplear longitudes de onda UV, concretamente, 248 nm. Sugieren que, mientras más baja la longitud de onda, mayor la probabilidad de que el material objetivo absorba la luz. Este fenómeno ocurre dado que, cuanto más concentrada sea la absorción de luz en las capas superficiales del material objetivo, más alta será la temperatura de esa superficie; un escenario favorable para la formación de plasma [12]. Si bien el escenario anterior es óptimo, no es necesario. Es decir, es posible lograr la misma densidad de potencia con un láser de diferente longitud.

El espesor requerido para las películas delgadas es del orden de los nanómetros. En particular, el estudio [13] declara que el espesor inicial fue de 300 nm, a presión de  $O_2$  de ~ 6.5 mTorr, y conforme se aumentó dicha presión se alcanzó un espesor de 100 nm a 1 Torr. Por su parte, los autores de [14] manifiestan

un espesor de película entre 100 y 290 nm al mantener la presión de oxígeno constante en  $5 \cdot 10^{-2}$  Torr pero variando la energía del láser entre 240 y 300 mJ.

La formación de la pluma de plasma también es un factor de interés. Particularmente, porque esta puede no ser homogénea al aumentar el área. Por ello, es necesario asegurar que el tamaño del sustrato se mantenga dentro del rango homogéneo. De esta forma, un sustrato de GGG con dimensiones  $5 \times 5 \times 0.5 mm^3$  sería una alternativa apropiada.

También, la temperatura en la que se realiza la deposición es relevante. Si bien el proceso puede llevarse a cabo a temperatura ambiente [15], una temperatura mayor a 600 °C reduce la necesidad de realizar *annealing* post deposición, que puede extenderse por varias horas [15]. Este calentamiento se realiza por la parte posterior del sustrato, utilizando un horno de alta temperatura como parte de la montura.

Por último, es necesario explicar a grandes rasgos la técnica de *Magneto-Optical Kerr Effect*, dado que es una herramienta útil para el análisis de resultados de magnetización en la síntesis de películas delgadas. De acuerdo con [16], los fenómenos producidos cuando la luz interactúa con materiales polarizados magnéticamente se denominan fenómenos magneto-ópticos. En concreto, el efecto Kerr corresponde a la rotación del plano de polarización de la luz cuando ésta se refleja en un medio magnetizado. La magnitud de este cambio es proporcional a la magnetización de la muestra en análisis. Por lo general las pruebas de MOKE, o SMOKE (Surface Magneto-Optical Kerr Effect) sobre materiales depositados sobre sustratos apuntan a medir la magnetización de la película resultante, esto a partir de la curva de histéresis (*H-loop*) que relaciona la intensidad de reflexión de la radiación incidente en función del campo magnético presente [17]. Esto puede verse cualitativamente en la Figura 4, donde el eje de las abscisas registra el campo magnético externo aplicado en  $Oe$  y el eje de las ordenadas puede conformarse también como el cambio en la intensidad relativa (en relación con un valor referencial promedio de intensidad) de la reflexión del láser usado para el escaneo.

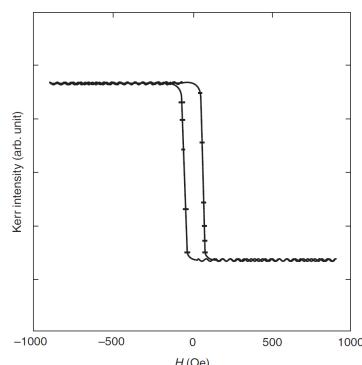


Fig. 4: Curva de histéresis SMOKE en película delgada de Fe crecida en sustrato de Ag(100).

### C. Objetivos

Como objetivos principales del proyecto se identifican:

- Realizar un montaje completo para PLD con un láser de determinada longitud de onda y ancho de pulso, con la posibilidad de ser adaptado a otros láseres que se dispongan.
  - Diseñar y accionar un sistema de montura (rotacional/móvil) para el material objetivo.
  - Implementar la óptica básica para el proceso.
  - Diseñar y confeccionar piezas necesarias para disponer el sustrato y objetivo en el interior de la cámara y en las posiciones esperadas.
- Llevar a cabo una deposición de YIG sobre un sustrato equivalente a GGG y analizar la presencia de estructuras ferromagnéticas en la película delgada conformada.

## II. MONTAJE Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

### A. Materiales e implementos

Para el montaje experimental realizado en laboratorio, se contó con los siguientes implementos principales:

- Mesa óptica.
- Cámara de vacío (con múltiples ventanas).
- Medidor de presión (InstruTech PCM301 Busy Bee).
- Bridas y *O-rings* de cobre.
- Motor rotatorio (Anaheim Automation BLWRPG172S-24V-4200-R24) y su respectivo controlador (Anaheim Automation MDC100-050101).
- Motores de movimiento axial (Standa Stepper 4-axis) y su respectivo controlador (8SMC5-USB).
- Lente convergente (Thorlabs LB1909).
- 3 espejos planos de  $\varnothing = 1''$  (Thorlabs [18]). Destaca el espejo adyacente a la lente (Thorlabs NB2-K13).
- Monturas móviles para espejos y lente de altura ajustable (Soportes cinemáticos de precisión) y *flip mirror mount*.
- Láser de referencia o de alineación (532 nm, Shanghai Dream Laser SDL-532-SLN-020).
- Láser de Nd:YAG o de laboratorio (1064 nm, EKSPLA NL301D/SH).
- Mangas, teflón y conectores.
- Bomba mecánica de aceite.
- Horno para el sustrato (manufactura propia del laboratorio).
- Fuente de poder para el horno (GOPHERT CPS-3205II 0-32V 0-5A).
- Termocupla de Chromel/Alumel (manufactura propia del laboratorio).
- Objetivo YIG y objetivo de Cobre (Cu).
- Sustratos de Silicio (Si).



Fig. 5: Láser de alineación (izquierda) y láser de laboratorio EKSPLA (derecha).

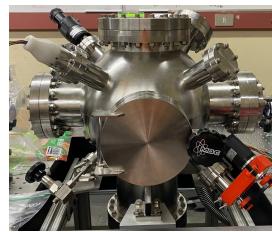


Fig. 6: Cámara de vacío. Al fondo la montura para sustrato, arriba a la izquierda el medidor de presión, abajo a la izquierda la válvula de oxígeno y abajo a la derecha el motor rotatorio que se conecta a la montura de objetivo.

Cabe destacar que para un óptimo desarrollo experimental se requiere incorporar una bomba turbomolecular (se espera emplear una bomba Pfeiffer HiPace UHV) para alto vacío y una válvula fina para ingresar presión parcial de oxígeno. Por lo dicho anteriormente, a continuación se describirá el montaje que se adaptó para realizar PLD.

### B. Montaje y procedimiento en el laboratorio

La configuración experimental fue ampliamente basada en [6], y en [19] para particularmente posicionar la lente entre el espejo y la cámara de vacío. El proceso de alineación y montaje del camino óptico es uno que requiere un constante ajuste. Para ello, se buscó la incidencia del láser por una de las flanges grandes, en la Figura 7, el del extremo superior de la cámara. El movimiento en la incidencia pudo ser regulado mediante la montura móvil y los motores stepper Standa dispuestos sobre el espejo NB2-K13, de  $\varnothing = 2''$  y recubrimiento para incidencias entre 532 y 1064 nm, con reflectancia promedio de 99% [20]. Con ello, se trazó un montaje óptico mediante el cual fuera fácil alinear el láser de referencia, con el láser de laboratorio principal EKSPLA. Esto puede verse esquemáticamente en la Figura 7. Cabe destacar que la *flip mirror mount* habilita el paso del láser de referencia/laboratorio e imposibilita el del restante con tal de poder alinear/depositar sin la necesidad de apagar uno de los láser.

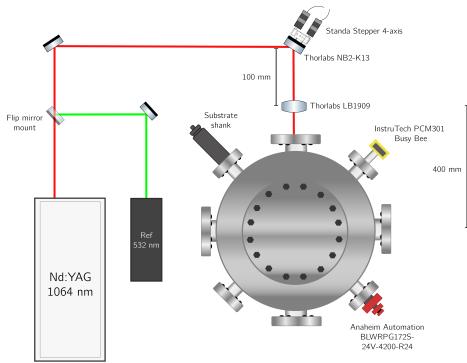


Fig. 7: Esquema del *setup* experimental. Elaboración propia. Agradecimientos a Sebastián Elgueta por la ayuda brindada en su implementación.



Fig. 8: Disposición de lente - espejo - entrada a cámara de vacío para desenfocar el láser en el objetivo.

El láser empleado se eligió por disponibilidad y no por ser óptimo. Con longitud de onda de 1064 nm, difiere de lo sugerido por la literatura. Cabe recalcar que el láser cuenta con un radiador con alimentación hídrica, por lo que se realizaron conexiones utilizando mangueras, conectores y teflón para su refrigeración. Las especificaciones principales son adjuntas en la Tabla II.

Parámetros	Especificaciones NL1301D/SH
Longitudes de onda (nm)	1064 / 532
Energía de pulso (mJ) a 532 nm	2 × 180
Duración de pulso (ns)	4 – 6
Delay entre pulsos	30 ns – 8 ms
Tasa de repetición (Hz)	10

TABLE II: Especificaciones técnicas principales del láser NL1301D/SH. Adaptado de manual de laboratorio.

Una lente convergente biconvexa de  $f = 500$  mm y  $\varnothing = 2''$  fue empleada. Si bien no tiene recubrimiento antireflejo, su curva de transmitancia [21] permite ver que a 1064 nm se tiene una transmitancia de  $\sim 92\%$ . Esto permite que no se absorba radiación en cantidades significativas, sino que solo se asegure transmisión. Para asegurar de que el láser principal no dañara al objetivo de YIG, se hizo una prueba preliminar con un objetivo de Cu, colocando la lente entre el espejo y la cámara de vacío, de tal forma de que estuviera más cerca al objetivo que su distancia focal (esta distancia se definió como 400 mm entre el objetivo y la lente), desenfocando en el proceso el láser y contando con una deposición menos abrasiva para el YIG en el procedimiento de PLD final deseado. Lo anterior se ilustra en la Figura 7 y el montaje real se ve en la Figura 8.

Para permitir barrer verticalmente sobre el objetivo, se emplearon los motores stepper Standa, que tuvieron que ser controlados. Para ello se realizó un código de Python sobre Jupyter Notebook que consideró distintas funciones. Las más relevantes: el movimiento basado en tiempo y el movimiento basado en señales. También se propuso una interfaz gráfica construida sobre Qt para lograr un control más amigable y preciso de los motores. Esta interfaz incorpora las mismas funciones que el Notebook, además de poder fijar ciertos parámetros. Si bien se encuentra aún en etapas previas de desarrollo, el código se puede consultar en [22].

Respecto del objetivo y sustrato, se empleó un objetivo sólido de YIG de dimensiones de 1" de diámetro y  $\sim 1$  cm de espesor en conjunto con un sustrato de silicio de  $15 \times 15 \times 0.5$  mm<sup>3</sup>. Se prefirió silicio sobre GGG para las pruebas preliminares por el alto costo de este último material. Previo a la deposición, el sustrato fue limpiado con soluciones de acetona, alcohol isopropílico y agua desmineralizada, cada solución fue agitada en un baño ultrasónico durante 90 segundos. Se trató de realizar lo mismo con el objetivo, pero debido a que esta había sido pulida previamente se decidió no realizar dicha limpieza para prevenir disolver el material.

Tal y como se mencionó en I-A, la pluma de plasma se forma perpendicular a la superficie incidida por el láser, por lo que se tuvo que asegurar de que el sustrato estuviese justo en frente del objetivo. Empleando las ventanas disponibles se diseñó un sistema que cumpliera esta condición. Se manipuló el motor rotatorio que sostendría el objetivo, incluyendo la fabricación de un vástago de 168 mm de largo para elevar el sustrato a la altura deseada, ajustando también de que la precesión al accionar el motor rotatorio fuera mínima. El plano del vástago para objetivo se puede ver en la Figura 9 y el implemento final en la Figura 10. Además, se realizaron las conexiones respectivas a su controlador. En la ventana opuesta a esta, se posiciona un vástago de largo ajustable que en su

extremo soporta la montura del sustrato, en donde se colocó el sustrato de Si. Este último puede verse en la Figura 11.

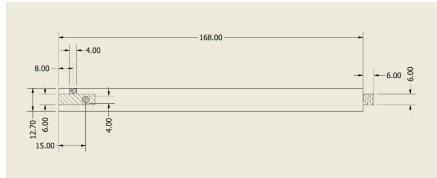


Fig. 9: Plano del diseño final del vástago para objetivo, con medidas en mm.

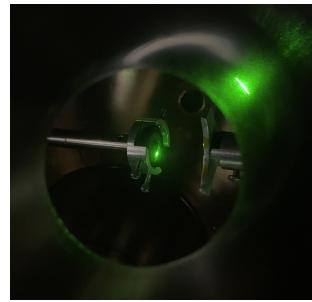


Fig. 12: Alineación del láser final vista en el objetivo. Para esto se empleó el láser de referencia.



Fig. 10: Vástago para objetivo fabricado. Agradecimientos al equipo de taller mecánico de Juan Galvez.



Fig. 11: Vástago con largo ajustable usado para disponer el sustrato dentro de la cámara de vacío,

Ahora bien, con tal de evitar fugas y alcanzar un ambiente de vacío efectivo, es fundamental para la cámara de vacío que todas sus ventanas estén selladas. Para ello se ajustaron las uniones apernadas y se colocaron los *o – rings* respectivos; además de asegurarse de que estos estuviesen en buen estado es decir, no deformados. Del mismo modo se instaló la bomba mecánica a la cámara para poder alcanzar el vacío deseado. Con ella se logró alcanzar una presión del orden de  $1 \cdot 10^{-2}$  Torr.

Una vez montado, calibrado y diseñado todo lo anteriormente descrito, se pudo proceder con la deposición. Importante señalar que se deben tomar las medidas de seguridad pertinentes con la manipulación del láser de laboratorio, en especial cuando funciona a máxima energía, por cual procedimiento debe ser realizado con lentes de seguridad. Así, la deposición realizada duró 10 minutos, a una frecuencia de rotación para el motor rotatorio de 2 Hz aproximadamente, con los valores de referencia y ajustes mencionados en esta sección. A continuación en la Figura 12 puede verse cómo se dispuso el objetivo con el sustrato alineados.

### C. Montaje con horno

Como se mencionó anteriormente, la deposición requiere temperaturas elevadas, pues propicia las condiciones óptimas para el crecimiento de una película delgada que, sumado al ambiente de oxígeno, permite generar una película cristalina y homogénea con propiedades magnéticas (visto en I-B). Para conseguir estas temperaturas, se trabajó con un horno para sustrato construido en el laboratorio, el cuál se mejoró incluyendo requerimientos específicos para el experimento en cuestión: una tapa de acero inoxidable para sujetar el sustrato y un pasador cerámico para asegurar la estabilidad de la termocupla. Lamentablemente, el horno presentó fallas antes de la primera deposición, y no puso ser utilizado. En reemplazo, se incluyó el vástago ajustable visto en la Figura 11 para adaptar de la mejor manera posible el experimento dado el contexto. El diseño original del horno se puede ver en la Figura 13.



Fig. 13: Horno de manufactura propia. Agradecimientos a Sebastián Elgueta por su diseño.

Realizando una termocupla de Chromel/Alumel, nuevamente de manufactura propia, y aislada con un tubo de cerámica, se logró hacer funcionar el horno mediante la fuente de poder GOPHERT, con un voltaje de 23.79 V y una corriente de 4.004 A. Lo anterior permitió al horno calentarse al rojo vivo y se logró registrar temperaturas cercanas a los 802 °C, lo cual puede verse en la Figura 14.

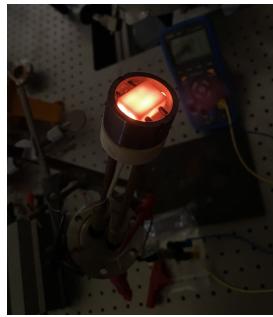


Fig. 14: Encendido del horno en aire, donde se registró temperaturas del orden de 800 °C.

Para su correcto funcionamiento, se diseñaron las dos piezas anteriormente mencionadas. La primera fue una tapa de acero con un orificio en el centro, la cual permite sujetar al sustrato en el horno y a su vez realizar la deposición sin problemas a través de dicho orificio. A su vez, se necesitó sujetar la termocupla y el horno en general, para evitar desplazamientos indeseados o errores en su montaje, por lo que se fabricó un pasador cerámico para cumplir lo anterior. Los diseños de ambas se ven en las figuras 15 y 16, respectivamente.

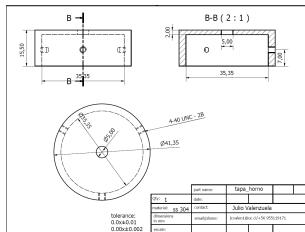


Fig. 15: Plano del diseño final de tapa de acero inoxidable. Medidas en mm.

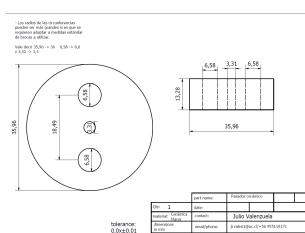


Fig. 16: Plano del diseño final para pasador cerámico. Medidas en mm.

Las conexiones del horno, es decir, los cables de la termocupla, fueron recubiertas con un pasador cerámico y por aislantes de fibra de vidrio. Una vez integrados los implementos anteriores se pudo realizar una prueba del calentamiento del horno dentro de la cámara, abierta, donde pudo verse cómo sería su implementación con el sistema diseñado tanto para el objetivo, como para el sustrato. Se logró registrar temperaturas del orden de 750 °C en un tiempo más acotado que cuando se encendió fuera de la cámara; tiempo aproximado de 10 minutos. La forma final del horno y su disposición dentro de la cámara se visualiza en las figuras 17 y 18, respectivamente.

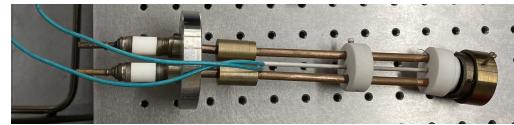


Fig. 17: Estructura final del horno.

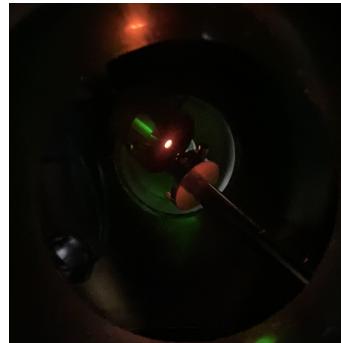


Fig. 18: Horno encendido en el interior de la cámara de vacío.

En una de las pruebas del horno dentro de la cámara de vacío, se generó un corto circuito acompañado de daños estructurales, por lo cual no se pudo contar con él para las experiencias de laboratorio finales.

### III. ANÁLISIS DE ERRORES Y RESULTADOS

#### A. Análisis de errores

Como se logró apreciar en la sección II, el experimento realizado difirió en diversos factores con el propuesto en el marco teórico I-B. Esto generó múltiples fuentes de error, donde algunas de estas no pueden ser cuantificadas, como la longitud de onda de 1064 nm para el láser junto con la carencia de alto vacío y un ambiente de oxígeno dentro de la cámara. En cualquier caso, la deposición realizada fue a modo de prueba de concepto y permitir demostrar que el montaje realizado permite obtener resultados, que claramente pueden ser mejorados en el futuro.

En primer lugar, se mencionó que el sustrato utilizado fue de Si y no GGG como se esperaba. Por lo demás, este sustrato no fue Si cristalino, lo cual imposibilita que el YIG crezca de forma cristalina, pues lo más probable es que la superficie del Si fuese de naturaleza rugosa. Adicionalmente, aunque se hubiese cambiado el sustrato por un Si cristalino, o incluso GGG, no se hubiese obtenido una película totalmente cristalina debido a que la deposición se realizó a temperatura ambiente. Ahora, sin perjuicio de lo anterior, la muestra depositada YIG/Si se visualizó en un microscopio óptico a modo de perfilometría cualitativa. Esto puede verse en la Figura 19. Se enfocó la imagen utilizando una lente de 500X, sin embargo, fue posible detectar ciertos fragmentos de la imagen que no se encuentran en foco, lo cual implica una disparidad en la perfilometría. Al utilizar 1000X está condición empeoró. Como se utilizó un microscopio y no un perfilómetro, el análisis realizado es cualitativo, pero que permite identificar la existencia de una disparidad considerable en la superficie del sustrato depositado.

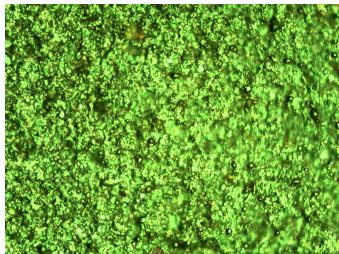


Fig. 19: Deposición realizada bajo microscopio de 500X. Agradecimientos Patricio Pérez por la facilitación del microscopio.

En segundo lugar, la densidad de potencia del láser en el objetivo ( $PD$ ) se estimó a partir del *spot* generado por un disparo del láser sobre el sustrato de Cu, a máxima intensidad energética de 360 mJ, lo cual resultó en una elipse de  $0.24 \times 0.157 \text{ cm}^2$ . Así, considerando el rango de tiempos de pulsado; 4 – 6 ns, se estimó dicha cantidad en:

$$5.068 \cdot 10^8 \frac{\text{W}}{\text{cm}^2} \leq PD \leq 7.602 \cdot 10^8 \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$$

Sobre este resultado, se debe considerar que los espejos empleados no proporcionan una reflexión perfecta, situación similar para la lente en cuanto a su transmisión (visto en II). Además, algunos de estos aparatos contaban con marcas o daños previos menores que provocaron el desvío leve de algunos rayos lejos del objetivo. Considerando estos dos factores, se puede estimar una pérdida de energía de un 10% en la lente y un 1% para el espejo adyacente. Sumado a las pérdidas del mismo número para los otros tres espejos se acumula entonces una pérdida del 14% de la energía incidente del láser.

En tercer lugar, la baja de presión conseguida al interior de la cámara de vacío queda numerosos órdenes de magnitud por sobre la esperada en la literatura. La presión alcanzada de  $1 \cdot 10^{-2}$  Torr permite que el aire no se ionice producto de la incidencia del láser, habilitando así la posibilidad de llevar a cabo una deposición efectiva. Sin embargo, lo anterior no permite la inclusión de presiones parciales de oxígeno. Esto, sumado a la temperatura ambiente, resulta en la estructura amorfa vista en la Figura 19. Cabe recalcar que, aunque es posible realizar un tratamiento de *annealing* posterior a la deposición, evidenciado en el apartado I-B, en este caso no lo amerita, pues los parámetros de red del Si dificultan que se produzca cualquier tipo de estructura cristalina al depositar YIG, en contraste con lo esperado en un proceso de deposición YIG/GGG como pudo verse en I-B.

En cuarto lugar, y como fue mencionado en II-B, el láser utilizado para la deposición difiere del sugerido por la literatura. Es difícil cuantificar el efecto producido por el uso del láser infrarrojo, pues como se puede ver en la Figura 20, el láser utilizado fue capaz de ablacionar ambos objetivos, el cobre y el YIG, sin mayor problema.



Fig. 20: Objetivos utilizados para la deposición. A la izquierda, un objetivo de Cobre que se utilizó para calibrar el foco del láser. Abajo el objetivo de YIG que se utilizó para la deposición. A la derecha un objetivo alternativo de Delafossita.

Para poder analizar la diferencia entre ambos láseres y, por ende, seleccionar el láser que produzca un mejor resultado, es necesario realizar un análisis de la pluma de plasma generada por cada láser, así como también el comportamiento que tienen las partículas de cada objetivo en cada caso. Esto se establece como trabajo futuro y en conjunto con otro proyecto que se encargue particularmente del análisis mencionado.

En quinto lugar, y por un descuido a la hora de realizar el experimento, se utilizó una velocidad angular en el motor rotatorio 20 veces mayor a la sugerida en la Tabla I. En consecuencia, las partículas ablacionadas fueron eyectadas del objetivo por un efecto centrífugo considerable que las dispuso por toda la montura del sustrato. Esto puede verse en la Figura 21.

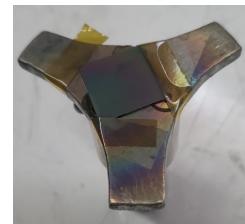


Fig. 21: Deposición sobre la montura del sustrato. Se visualiza YIG depositado en tonos morados y verdes sobre el sustrato su montura.

Es posible ver que, si bien gran parte del material fue depositado sobre el sustrato, existe una parte no menor de YIG que resultó en el su montura. Todo este material fue perdido debido a la gran velocidad rotacional del objetivo. Además, por lo mismo, las partículas que si colisionaron contra el sustrato, lo hicieron con una energía cinética considerablemente grande, lo que eventualmente pudo y podría en el futuro causar la eyección de partículas ya depositadas.

En sexto y último lugar, el uso de los motores axiales fue limitado, pues el tiempo no fue suficiente para calibrar su correcta operación. De este modo, y como se puede ver en la Figura 20, no se logró barrer la totalidad del objetivo, una circunferencia no menor en el centro de este quedó inalterado luego de la deposición. De repetirse el experimento de esta forma, es esperable que se genere un cráter sobre el material que, a la larga, resulte en gran parte del material desperdiciado. Por tanto, es menester para trabajo futuro accionar correctamente estos motores con tal de no destruir el objetivo.

### B. Resultados de la deposición

Luego de revisar los errores identificados en la sección anterior, es posible visualizar los resultados de la deposición y entenderlos de mejor forma. Como se mencionó previamente, la deposición consistió básicamente en lo presentado en la Tabla III.

Parámetros	Deposición YIG/Si
Presión de vacío (Torr)	$1 \cdot 10^{-2}$
Temperatura (°C)	22
Tiempo de deposición (min)	10
Velocidad de rotación para objetivo (Hz)	2
Distancia objetivo - sustrato (cm)	4
Distancia lente - objetivo (mm)	400
Distancia focal de la lente (mm)	500

TABLE III: Parámetros principales para la deposición realizada.

Cabe destacar que sumado a lo presentado en la Tabla III se utilizaron los implementos; incluido el láser, óptica, medidores, bomba, etc., vistos en I-B. En la Figura 21 puede verse el resultado de la deposición llevada a cabo y a continuación en la Figura 22 se visualiza la pluma de plasma generada dentro de la cámara de vacío.



Fig. 22: Pluma de plasma capturada al interior de la cámara de vacío durante la deposición realizada.

Luego de realizada la deposición, se llevó la muestra al laboratorio del profesor Claudio González para realizar una prueba de MOKE. Esta se muestra en la Figura 23.

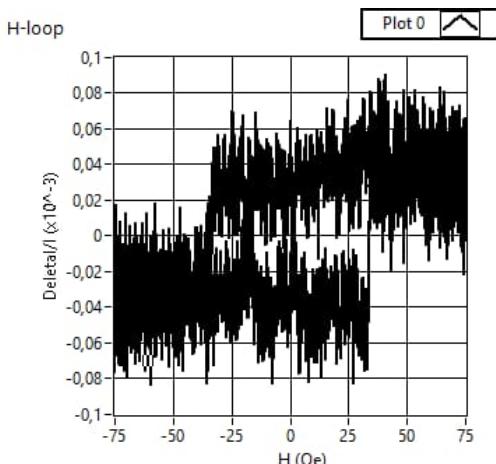


Fig. 23: Curva de histéresis para deposición de YIG sobre Si. Agradecimientos al profesor Claudio González.

En este gráfico, el eje  $x$  muestra el campo magnético  $H$  en  $Oe$ , mientras el eje  $y$  muestra la razón entre el cambio en la intensidad de reflexión de la radiación incidente con el valor referencial promedio de intensidad  $\frac{\Delta I}{I}$ , siendo esto una cantidad adimensional.

A simple vista se puede detectar ciertos elementos de la imagen obtenida. Primero, existe con claridad una tendencia lineal por sobre el eje  $x$  y otra tendencia lineal por debajo del eje  $x$ , lo cual hace sentido en relación con la curva de histéresis vista en I-B. Segundo, y en relación con lo anterior se presenta una gran cantidad de ruido, puesto que se esperaría apreciar la curva de histéresis con claridad. Tercero, existen puntos de cruce por cero cercanos a los  $\pm 20 Oe$ . Cuarto, ambas tendencias, superior e inferior, parecen converger a una intensidad relativa de  $0.04 \cdot 10^{-3}$  y  $-0.03 \cdot 10^{-3}$ , respectivamente.

En relación con las observaciones anteriores, el primer punto es un indicador de magnetización, pues al variar la intensidad del campo magnético aplicado externamente, la luz incidente se desvía, provocando un cambio en la intensidad  $\Delta I$ , que, como se vio en I-B, es proporcional a la magnetización de la muestra depositada. Con ello y lo visto en III-A, se comprueba de que la película formada es YIG y además presenta cualidades magnéticas; lo cual era esperable.

El segundo punto tiene relación con lo expuesto en III-A. Dado que la topología de la deposición es irregular, la reflexión de la luz obtenida no es especular, de ahí el ruido visto en el test MOKE.

El tercer punto corresponde a una propiedad llamada coercitividad [16], la cual corresponde a la intensidad del campo magnético externo requerido para provocar la desmagnetización de un objeto. Un valor absoluto de coercitividad de  $20 Oe$ , como el visto en la Figura 23, es levemente menor que el reportado en literatura [23], que puede variar según la técnica de síntesis para nanopartículas de YIG entre  $30 Oe$  y  $40 Oe$ . Como en [23] se utiliza para la síntesis un método conocido como de coprecipitación modificado, y no síntesis por deposición, puede explicarse la diferencia entre lo obtenido y lo visto en [23], mas sirve de referencia para cuantificar el carácter magnético presente en YIG. Sin perjuicio de lo anterior, esto es un fuerte indicador de que la deposición fue de Y y no de Fe.

Por último, el cuarto punto es menos certero, pues la literatura de MOKE reporta valores para el eje de ordenadas en términos de la magnetización de saturación, y no de la intensidad relativa. La conversión entre ambos factores no es trivial y requiere de datos que no fueron registrados durante el experimento. De todos modos, este valor es un porcentaje, y como se encuentra en magnitud de  $10^{-3}$ , se puede intuir que el valor de magnetización existente, pero bajo. Sin embargo, no existe evidencia suficiente para justificar fehacientemente esta aseveración.

#### IV. CONCLUSIONES

La experiencia detallada en el presente informe consistió en llevar a cabo un montaje experimental para un proceso de PLD. En base a la revisión de literatura, se plantearon como objetivos del proyecto realizar el montaje anterior, de forma adaptable para otros láser que se dispongan, y particularmente, diseñar y accionar un sistema de montura para el material objetivo, implementar la óptica del montaje y diseñar junto con confeccionar piezas necesarias para lo anteriormente mencionado. Esto, finalmente para llevar a cabo una deposición YIG/GGG, aunque en la práctica fue YIG/Si. Para ello fue crucial el diseño y adaptación del montaje experimental esperado de acuerdo con literatura, por lo que seleccionando los implementos necesarios, y comenzando de la base de disponer de una mesa óptica, cámara de vacío y láser de 1064 nm, se realizaron los siguientes procedimientos principales en la experiencia de laboratorio. Primero fue necesario montar el sistema óptico que permita hacer llegar el láser principal al centro de la cámara (donde se posicionó el objetivo), y para realizar la alineación también se debe coordinar con el láser de referencia. Para que la incidencia del láser no fuera tan potente se decidió colocar la lente óptica más cerca de su distancia focal (500 mm), con tal de desenfocar el haz. Segundo, para la implementación del láser principal, se montó un sistema hídrico con mangueras de jardín, para que la fuente de poder del mismo se refrigerara y fuera posible operarlo. Tercero, se trabajó con dos motores de manera independiente, uno axial en una montura para espejo (el cual se pudo controlar desde un computador mediante un código implementado), y otro motor rotatorio, que junto a un vástago diseñado a fabricar en taller, se montó el objetivo de YIG y de esta forma, poder barrer diferentes partes de su área y evitar daños en el mismo. En la ventana frente al objetivo se colocó el sustrato de silicio montado en un vástago ajustable. Cuarto, se instaló la bomba mecánica y mediante un medidor se pudo ir registrando la presión interna de la cámara. Quinto, se cerraron y sellaron todas las ventanas de la cámara empleando uniones apernadas y *o-rings* de cobre, respectivamente. De esta forma se logró alcanzar el vacío deseado para el experimento. Finalmente, manipulando el láser de laboratorio con las medidas de seguridad sugeridas, se pudo llevar a cabo el procedimiento PLD.

En definitiva, el foco del proyecto fue montar un sistema funcional de PLD que permitiera a otros experimentadores realizar deposiciones con YIG, y eventualmente TmIg. Los resultados experimentales confirman el cumplimiento de los objetivos planteados, en tanto que las condiciones establecidas en este proceso son suficientes para generar una deposición exitosa de YIG sobre Si y, por ende, sientan la base para quien retome este proyecto posteriormente. De este modo, se destaca el funcionamiento del montaje experimental, el cual permitió la obtención de una muestra amorfa pero con características magnéticas producida a través de deposición YIG/Si. Ahora bien, tal y como se comentó anteriormente, esta deposición fue realizada como una prueba de concepto. Para que las deposiciones futuras tengan aplicaciones reales, es necesario

realizar diversos cambios al montaje actual, los cuales fueron enunciados en la sección III-A.

Por ello, respecto del trabajo a futuro, se proyecta una implementación efectiva del horno reparado en el procedimiento PLD (ya se observó que su funcionamiento y monitoreo es posible en un ambiente de vacío), o incluso contar con un diseño mejorado que facilite la manipulación del sustrato. Junto a lo anterior, y mediante una válvula fina, lo propio sería poder generar un ambiente de  $O_2$  para la deposición buscada, lo que junto a la temperatura del orden de los 800 °C (como se sugiere en literatura), se propiciaría la formación de una muestra homogénea, cristalina y con mayor presencia de cualidades magnéticas. Además, también se esperaría poder realizar el procedimiento con una bomba turbomolecular, la que permitiría alcanzar presiones cercanas a  $3.75 \cdot 10^{-6}$  Torr, tal y como se sugiere en I-B en base a la literatura revisada. Mediante una prueba realizada con los elementos mencionados anteriormente, se encontraría todo listo para poder realizar una deposición YIG/GGG, y de esta forma, analizar los resultados finales, compararlos con los resultados preliminares presentados y así evaluar nuevamente aspectos a mejorar en la experiencia de laboratorio, junto con identificar nuevas fuentes de error por tratar.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Khurana, B. (2024). *Pulsed Laser Deposited Iron Garnet Thin Films for Spintronics*. (Doctor of Philosophy in Materials Science and Engineering). Massachusetts Institute of Technology, Cambridge. Recuperado de: <https://dspace.mit.edu/bitstream/handle/1721.1/155342/khurana-bkhurana-phd-dmse-2024-thesis.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [2] Bayram, C. & Liu, R. (2024). Exploring the Next Phase in Gallium Nitride Photonics: Cubic Phase Light Emitters Heterointegrated on Silicon. En *Semiconductors and Semimetals* (pp. 411 - 435). doi: <https://doi.org/10.1016/bs.semsem.2016.07.001>
- [3] Kang, W., Huang, Y., Zhang, X., Zhou, Y. & Zhao, W. (2016). Skyrmiion-Electronics: An Overview and Outlook. *Proceedings of the IEEE*, 104(10), 2040 - 2061. doi: <https://doi.org/10.1109/JPROC.2016.2591578>
- [4] Yang, Y., Liu, T., Bi, L. & Deng, L. (2021). Recent advances in development of magnetic garnet thin films for applications in spintronics and photonics. *Journal of Alloys and Compounds*, 860, 158235. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158235>
- [5] What is Pulsed Laser Deposition (PLD)??. (2024). En *VacCoat*. Recuperado de: <https://vaccoat.com/blog/what-is-pulsed-laser-deposition-pld/>
- [6] Garrido, J.M. & Silveyra, J.M. (2023). A review of typical PLD arrangements: Challenges, awareness, and solutions. *Optics and Lasers in Engineering*, 168, 107677. doi: <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2023.107677>
- [7] Shepelin, N., Tehrani, Z., Ohannessian, N., Schneider, C., Pergolesi, D. & Lippert, T. (2023). A practical guide to pulsed laser deposition. *Chemical Society Reviews*, 52(7), 2294 - 2321. doi: <https://doi.org/10.1039/d2cs00938b>
- [8] Chapter 3: Pulsed Laser Deposition of Oxides. (s.f.). En *Universidad de Lisboa*. Recuperado de: [https://repositorio.ul.pt/bitstream/10451/1635/12/19492\\_ulsd\\_re481\\_CHAPTER\\_3.pdf](https://repositorio.ul.pt/bitstream/10451/1635/12/19492_ulsd_re481_CHAPTER_3.pdf)
- [9] Kumar Jha, S., Sharma, M., Puri, N. & Kuanr, B. (2021). Effect of oxygen growth-pressure on microstructural and magnetic properties of pulse laser deposited epitaxial YIG thin films. *Journal of Alloys and Compounds*, 889, 161741. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.161741>
- [10] Bhoi, B., Mahender, C., Venkataramani, N., Aiyar, R. & Prasad, S. (2016). Effect of Oxygen Pressure on the Magnetic Properties of Yttrium-Iron-Garnet Thin Films Made by Pulsed Laser Deposition. *IEEE Magnetics Letters*, 7, 5105904, 1 - 4. doi: <https://doi.org/10.1109/LMAG.2016.2598720>
- [11] Dorsey, P., Bushnell, S., Seed, R. & Vittoria, C. (1993). Epitaxial yttrium iron garnet films grown by pulsed laser deposition. *Journal of Applied Physics*, 74(2), 1242 - 1246. doi: <https://doi.org/10.1063/1.354927>
- [12] What is the main difference between PLD of complex material and PLD of metals?. (2015). En ResearchGate. Recuperado de: <https://shorturl.at/5QaVD>
- [13] Kumar, N., Misra, D.S., Venkataramani, N., Prasad, S. & Krishnan, R. (2004). Magnetic properties of pulsed laser ablated YIG thin films on different substrates. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 272 - 276, E899 - E900. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2003.12.223>
- [14] Bhoi, B., Venkataramani, N., Aiyar, R. & Prasad, S. (2013). FMR and Magnetic Studies on Polycrystalline YIG Thin Films Deposited Using Pulsed Laser. *IEEE Transactions on Magnetics*, 49(3), 990 - 994. doi: <https://doi.org/10.1109/TMAG.2012.2228172>
- [15] Ma, R., Liu, M., Wang, J. & Wang, H. (2017). The room temperature deposition of high-quality epitaxial yttrium iron garnet thin film via RF sputtering. *Journal of Alloys and Compounds*, 708, 213 - 219. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.02.275>
- [16] Ouahioune, N. (2020). *Project Material Physics - MOKE set-up to measure magnetic anisotropy*. Universidad de Uppsala, Uppsala. Recuperado de: <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:1446803/FULLTEXT01.pdf>
- [17] Qiu, Z. & Bader, S. (2012). Surface Magneto-Optic Kerr Effect. En *Characterization of Materials*. doi: <https://doi.org/10.1002/0471266965.com048.pub2>
- [18] Fused Silica Broadband Dielectric Mirrors. En *Thorlabs*. Recuperado de: [https://www.thorlabs.com/newgroupage9.cfm?objectgroup\\_id=139](https://www.thorlabs.com/newgroupage9.cfm?objectgroup_id=139)
- [19] Yap, S., Yong, T., Nee, C. & Tou, T. (2016). Pulsed Laser Deposition of ITO: From Films to Nanostructures. En *Applications of Laser Ablation - Thin Film Deposition, Nanomaterial Synthesis and Surface Modification*. doi: <http://dx.doi.org/10.5772/65897>
- [20] Nd:YAG Laser Line Mirrors. En *Thorlabs*. Recuperado de: [https://www.thorlabs.com/newgroupage9.cfm?objectgroup\\_id=3793&pn=NB2-K13](https://www.thorlabs.com/newgroupage9.cfm?objectgroup_id=3793&pn=NB2-K13)
- [21] N-BK7 Bi-Convex Lenses, Uncoated. En *Thorlabs*. Recuperado de: [https://www.thorlabs.com/newgroupage9.cfm?objectgroup\\_id=4847&pn=LB1909](https://www.thorlabs.com/newgroupage9.cfm?objectgroup_id=4847&pn=LB1909)
- [22] Capstone-controller. Repositorio de Github. Disponible en: [https://github.com/iangrossan/Capstone\\_controller](https://github.com/iangrossan/Capstone_controller)
- [23] Hosseinzadeh, S., Behboudnia, M., Jamilpanah, L., Sheikhi, M.H., Mohajerani, E., Tian, K., Tiwari, A., Elahi, P. & Mohseni, S.M. (2019). High saturation magnetization, low coercivity and fine YIG nanoparticles prepared by modifying co-precipitation method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 476, 355 - 360. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.12.090>