

CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE SiC Y ZrO₂-Y₂O₃ PRODUCIDAS POR MAGNETRON SPUTTERING Y POST-RECOCIDO CON LASER DE CO₂

C. Goyes¹, E. Solarte¹, F. Sequeda², A. Devia³, G. Bolaños⁴

¹Grupo de Óptica Cuántica, ²Grupo de Recubrimientos Duros y Aplicaciones Industriales.
Universidad del Valle, Cali, Colombia

³Laboratorio de Física del Plasma, Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia

⁴Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas. Universidad del Cauca, Popayán, Colombia

RESUMEN

En este trabajo se ha usado el Recocido Láser (RL) para modificar las características ópticas y morfológicas de películas delgadas cerámicas usadas en aplicaciones de ingeniería. Se usaron muestras de SiC y ZrO₂-Y₂O₃ (ZrO₂ con 8% por masa de Y₂O₃), las cuales fueron depositadas sobre sustratos de cuarzo, silicio y zafiro, en un sistema Magnetron Sputtering (MS). Se eligieron blancos estequiométricos de SiC y ZrO₂-Y₂O₃, para cada caso respectivo. En las muestras de SiC, se mantuvo un espesor nominal de 100nm. Para el recocido, se ha usado un Láser de CO₂ de baja potencia, 1.2W y un tiempo de exposición de 10 min. Se presentan resultados de caracterización usando AFM, FTIR y XPS. Los resultados indican que la rugosidad, el tamaño de grano y las propiedades ópticas de las películas delgadas obtenidas por MS pueden ser modificadas con un tratamiento posterior de recocido láser a baja potencia, sin presentar cambios en su composición química y disminuyendo el tiempo de procesamiento de estos materiales en comparación con técnicas convencionales de recocido en hornos.

INTRODUCCIÓN

Los tratamientos térmicos de recocido, realizados a películas delgadas obtenidas por Magnetron Sputtering, han sido reconocidos como etapas importantes para el procesamiento de estos materiales con el propósito de mejorar propiedades de las películas delgadas. Estos tratamientos han sido extendidos para la fabricación de materiales nanoestructurados en diversas aplicaciones de ingeniería que incluyen: recubrimientos de barrera térmica [1] y dispositivos fotónicos [2-4]. Usualmente los materiales depositados por Magnetron Sputtering (MS) son amorfos, la formación y el crecimiento de fases cristalinas son inducidos por tratamientos térmicos posteriores. El tamaño de los nanocristales es controlado por las condiciones de recocido, que requiere altas temperaturas y varias horas de operación [3,5]. Hay así la necesidad de estudiar técnicas alternativas para disminuir el tiempo de proceso y lograr mejores desempeños. El estudio de los efectos de la radiación láser en sólidos ha sido estudiado desde 1971 [**Error! Marcador no definido.**], sin embargo el efecto en nanoestructuras está siendo explorado actualmente. El recocido usando radiación láser (Recocido Láser: RL) se presenta como una técnica eficaz para el tratamiento de superficies [6], por su efecto localizado y porque la energía aportada permite alcanzar o superar las usuales en tratamientos térmicos superficiales. Para realizarlo se usan diferentes tipos de láseres, siendo actualmente el de Nd-YAG y el láser de CO₂, los más comunes. En este trabajo se reporta un estudio del efecto de la radiación infrarroja de láser de CO₂ en películas delgadas de SiC y ZrO₂-Y₂O₃, materiales actualmente prometedores para aplicación en dispositivos eléctricos y optoelectrónicos, especialmente en circuitos capaces de resistir altas temperaturas, altas potencias y altas frecuencias [7].

EXPERIMENTO

Las películas de SiC y $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ fueron preparadas en un sistema MS usando substratos de silicio, cuarzo y zafiro para películas de SiC y de cuarzo para películas de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$. Los blancos fueron aleaciones preparadas estequiométricas de alta pureza. Las películas fueron crecidas a temperatura ambiente y la presión total del sistema en el caso de SiC fue de 2.7×10^{-6} mbar, y para $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ fue 1×10^{-2} mbar. Se utilizó un láser infrarrojo de CO_2 , con una potencia de 1.2 W, en exposiciones de 10 minutos para cada tratamiento. Las películas se irradiaron en condiciones controladas de exposición: presión, voltaje, tiempo y potencia de irradiación. Los tratamientos láser se realizaron en aire, tal como en el proceso normal de fabricación. Para controlar la atmósfera, se utiliza eventualmente una cámara de irradiación, en la **Figura 1** se muestra un esquema del proceso de irradiación y en la fotografía se aprecia la cámara utilizada.



Figura 1. (a) Esquema del proceso de irradiación; (b) Fotografía de la cámara de irradiación

Se estudiaron los efectos de los tratamientos sobre las propiedades de las películas producidas, midiendo la morfología superficial y las características químicas y ópticas antes y después del procesamiento láser. Los cambios morfológicos de las películas fueron detectados usando un microscopio de barrido de punta (SPM) de Park Scientific Instruments, en su modo normal (AFM) y en su modo lateral (LFM); obteniendo resultados de la rugosidad superficial y el tamaño de grano. La composición química fue determinada a partir de resultados de XPS en un equipo Termo V.G. Scientific ESCALAB 250, y los espectros IR se determinaron mediante espectroscopia de transformada de Fourier (FTIR) en un equipo Shimadzu 8400.

RESULTADOS Y ANALISIS

Los estudios estadísticos de la morfología superficial antes y después del tratamiento con láser muestran que la rugosidad y el tamaño de grano de ambos materiales disminuyen con el tratamiento láser. Para las muestras de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ La, las rugosidades media y RMS antes del recocido láser son 9.67 \AA y 14.0 \AA respectivamente; las muestras recocidas presentan una rugosidad media de 6.82 \AA y una RMS de 10.1 \AA . Así mismo, el tamaño de grano pasa de 912 \AA , en las muestras sin recocer a 842 \AA en las recocidas. La **Figura 2** muestra una comparación de las imágenes AFM tridimensionales de muestras de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ antes y después del proceso de irradiación, se puede distinguir una mayor definición de la estructura granular en muestras de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ irradiadas con láser. La **Figura 3** presenta los resultados de LFM, lo cual confirma el efecto del láser en la estructura morfológica de las muestras.

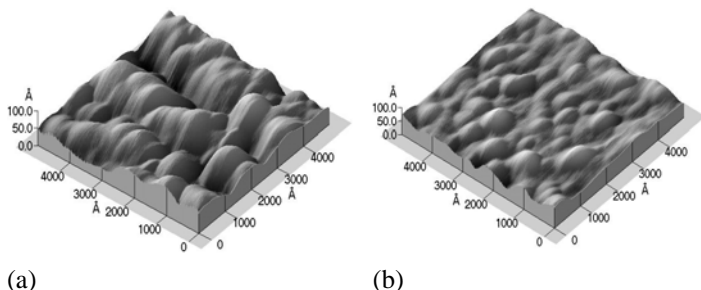


Figura 2. Imágenes AFM 3D ($5\mu \times 5\mu$) con ampliaciones de $106\text{ nm} \times 70.9\text{ nm}$ (abajo), en sitios de películas de (a) $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ sin irradiación (b) $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ con irradiación

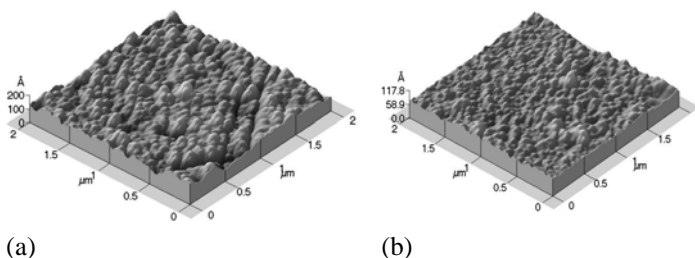


Figura 3. Imágenes LFM 3D ($2\mu \times 2\mu$) en sitios de películas de (a) $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ sin irradiación (b) $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ con irradiación

En la **Figura 4** se presenta una comparación de las imágenes AFM tridimensionales de muestras de SiC/Si antes y después del proceso de irradiación. A partir de la Figura 4 se puede identificar un tipo de nanoestructuras llamadas “nano-hills”, similares a las obtenidas por A. Medvic et al., [8] que corresponden a defectos no comúnmente recurrentes del proceso de Sputtering.

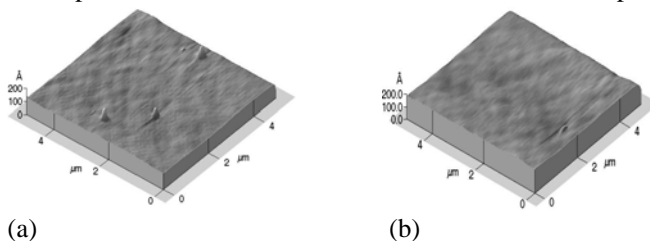
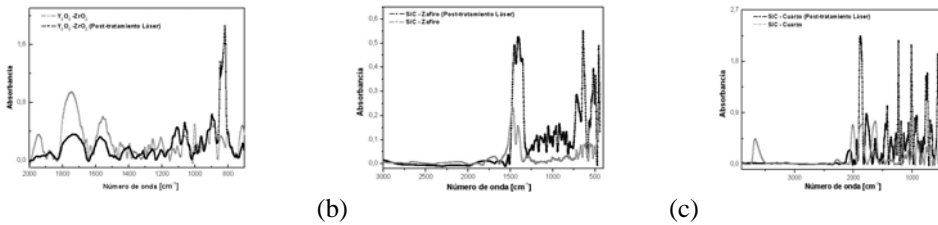


Figura 4. Imágenes AFM 3D ($5\mu \times 5\mu$) y análisis de defectos en sitios de películas de (a) SiC sin irradiación (b) SiC con irradiación.

El análisis AFM de las características de estos defectos muestra que un recocido con Láser de CO_2 disminuye el tamaño de los defectos desde 4 nm hasta 1.2 nm . En la Figura 5 se presenta los resultados de absorción infrarroja para muestras de $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ y SiC antes y después de la irradiación láser. Se aprecia que el recocido láser permite una mejor definición de las bandas de absorción en las películas tratadas.



(a) (b) (c)
 Figura 5. Espectro IR de muestras antes y después de irradiación con Láser de CO₂ (a) ZrO₂-Y₂O₃ / cuarzo; (b) SiC / zafiro; (c) SiC / cuarzo

En la Figura 6 se presenta el espectro XPS generado por muestras de ZrO₂-Y₂O₃ /cuarzo irradiadas con láser de CO₂ en el que se destaca la presencia de los óxidos involucrados en este material.

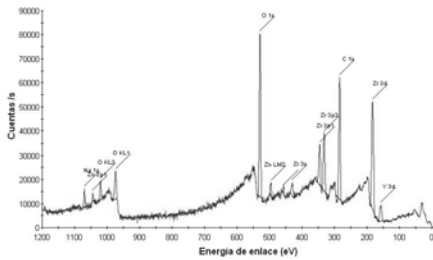


Figura 6. Espectro de XPS para películas de ZrO₂-Y₂O₃ / cuarzo irradiadas con Láser de CO₂

A partir de los resultados de este estudio, se puede concluir que el recocido láser tiene como efecto la disminución de la rugosidad y del tamaño de grano en muestras de ZrO₂-Y₂O₃ crecidas sobre cuarzo. Por medio del recocido láser se puede disminuir el tamaño de los defectos en muestras de SiC, para hacerlas más adaptables a las aplicaciones tecnológicas de este material. Los resultados de espectroscopia infrarroja muestran que después del recocido láser se definen mejor ciertas bandas de absorción. El recocido láser no afecta la estequiometría de las películas ZrO₂-Y₂O₃ crecidas sobre cuarzo.

REFERENCIAS

- [1] V. Teixeira. Nanostructured Ceramic Coatings Produced by Magnetron Sputtering. University of Minho, 2003.
- [2] A.G. Golo, A. Conde and M.J.M. Gomes. Thin Solid Films 318, 108 (1998).
- [3] A. Conde, A.G. Golo, M.J.M. Gomes, C. Ricolleau y D.J. Barber. Journal of Crystal Growth 247, 371 (2003).
- [4] Chiasera A., M. Montagna, C. Tosello, S. Pelli, G. C. Righini, M. Ferrari, L. Zampedri, A. Monteil and P. Lazzeri. Optical Materials 25, 117-122 (2004).
- [5] M. Montagna, E. Moser, F. Visintainer, M. Ferrari, L. Zampedri, A. Martucci, M. Guglielmi and M. Ivanda. J. Sol-Gel Sci. Tech 26, 241 (2003).
- [6] S.K. Earles. Doctoral Thesis: "Non-melt Laser Annealing of Boron Implanted Silicon". University of Florida (2002).
- [7] C.K. Jung, D.C. Lim, H.G. Jee, M.G. Park, S.J. Ku, K.S. Yu, B. Hong, S.B. Lee and J.H. Boo. Surface and Coatings Technology 171, 46 (2003).
- [8] A. Medvid, B. Berzina, L. Trinkler, L. Fedorenko, P. Lytvyn, N. Yusupov, T. Yamaguchi, L. Sirghi and M. Aoyama. Phys. Stat. Sol.195, No. 1, 199 (2003)