

# Diseño y caracterización de un sistema de pulverización catódica DC para la deposición de películas delgadas de tierras raras y metales de transición

## Design and characterization of a DC sputtering system for deposition of thin films of rare earth and transition metals

Rojas Martínez, Y.,<sup>I</sup> Oyola Lozano, D.,<sup>I</sup> Bustos Rodríguez, H.,<sup>I</sup> Cardona Bedoya, J. A.,<sup>II</sup> Pérez Alcázar, G.<sup>III</sup>

**Resumen.** Se diseñó y fabricó un sistema de pulverización catódica DC, que incluye dos electrodos de 25 mm de diámetro y un sistema de sondas cilíndricas de Langmuir para caracterizar el plasma durante el crecimiento de películas. Se obtuvieron valores óptimos de temperatura, densidad electrónica, presión y separación electródica. Para la caracterización de la cámara de vacío (diámetro 180 mm, altura 110 mm) se utilizaron las curvas de presión-voltaje (P-V) con el fin de determinar los valores óptimos de separación electródica, presión y voltaje. Los valores característicos encontrados son:  $V = 400\text{V}$   $I = 50\text{mA}$   $P = 1.7\text{ mBar}$ , distancia de separación electródica de 20mm. El ánodo tiene un Thermocoax de puntas frías con una termocupla tipo K y un controlador de temperatura Omega. Para establecer una ley de escala que permitiera medir la razón de deposición y espesores de las películas se crecieron películas delgadas de  $\text{Nd}_{0.257}\text{Fe}_{0.743}$  sobre sustratos de vidrio, durante tiempos de  $t = 6, 12$  y 24 horas.

**Palabras clave:** Pulverización catódica DC, plasma, sonda de Langmuir, parámetros macroscópicos.

**Abstract.** A DC sputtering system was designed and fabricated, which includes two electrodes with a diameter of 25 mm and Langmuir cylinder probe system to characterize the plasma during the growth of film. We achieved optimal values of temperature, electron density, pressure and electrodes separation. Pressure-voltage (P-V) curves were used to characterize the vacuum chamber (diameter 180 mm, height 110 mm) in order to determine the optimal values of electrode separation, pressure and voltage. Typical values found were:  $V = 400\text{V}$ ,  $I = 50\text{ mA}$ ,  $P = 1.7\text{ mb}$ , electrodes separation = 20mm. The anode has a thermocoax of cold tips with a type K thermocouple and an Omega temperature control. Thin films were grown on glass substrates  $\text{Nd}_{0.257}\text{Fe}_{0.743}$  for times  $t = 6, 12, 24$  hours to establish a scale law to measure the deposition rate and thickness of the films.

I. Grupo Ciencia de Materiales. Departamento de Física, Universidad del Tolima, A.A. 546, Ibagué.

II. Grupo de Investigación en Materiales Semiconductores y Superiónicos. Departamento de Física, Universidad del Tolima.

III. Grupo de Metalúrgica Física y Física de transiciones de Fase. Departamento de Física, Universidad del Valle.

**Key words:** Sputtering DC, plasma, Langmuir sonde, electric discharges, macroscopic parameter.

## 1. INTRODUCCIÓN

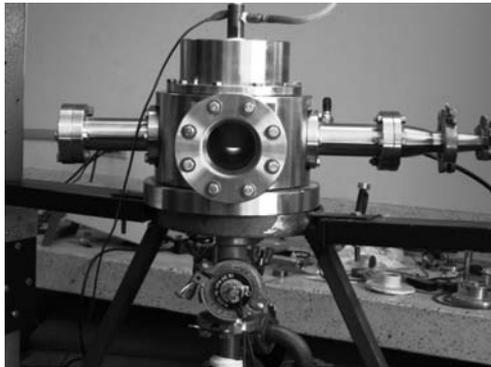
Las técnicas de deposición por pulverización catódica son ampliamente aplicadas tanto en procesos industriales como en el tratamiento y desarrollo de nuevos materiales nanoestructurados, para ser utilizadas en optoelectrónica con notorias ventajas por encima de otras técnicas para la obtención de estos nuevos materiales. El principio de trabajo de estos dispositivos es la descarga visible entre dos electrodos localizados a una distancia en una cámara de vacío. Los iones resultantes de las interacciones de átomos de un gas como Ar, por ejemplo, con electrones libres, son acelerados por el campo eléctrico producido hacia el cátodo, de donde pulverizan partículas del blanco a estudiar, las cuales a su vez se depositan como una película delgada sobre un sustrato apropiado. En la región entre los cátodos se coloca un sistema de sondas electrostáticas que se polarizan y crean un campo eléctrico en una zona que atrae cargas, produciendo una corriente que se puede medir y de la cual se pueden obtener el potencial del plasma, densidad electrónica y temperatura electrónica, así como la función de distribución de los electrones. Un doble juego de sondas flotantes es particularmente apropiado como sistema de diagnóstico porque causa mínimas perturbaciones en el plasma, puede detectar las variaciones del potencial del plasma, y no requiere potenciales de referencia fijos en las paredes de la cámara. El plasma puede, en general experimentar potenciales más altos que los escogidos para su operación, sin que ello afecte el sistema de diagnóstico.

Si bien esta técnica no resuelve el problema de perturbaciones del plasma por la sonda misma, es la más adecuada porque permite graficar la corriente de saturación iónica y es insensible a cambios en el potencial del plasma. El proceso de deposición de las películas depende de los parámetros que caracterizan el plasma, y éstos de la geometría, disposición electródica y presión de trabajo.

El diodo pulverizador prueba ser una técnica fácil en la deposición de películas delgadas cuando el cátodo es cubierto con un material fuente (blanco a pulverizar). Sin embargo, en los casos en los que la razón de deposición es baja, la difusión de partículas hacia las paredes es alta, aumentando el tiempo de deposición, cuando se escoge determinado espesor, con respecto a otros sistemas de pulverización. La densidad de electrones bombardeados del sustrato es grande y puede causar sobrecalentamiento y daños estructurales en el blanco. El presente trabajo está dedicado a la caracterización y optimización de un pulverizador DC para la producción de películas delgadas.

## 2. DISEÑO EXPERIMENTAL

La fuente de pulverización se encuentra en un sistema de alto vacío cuya cámara es un cilindro de aceroquirúrgico SA316 con diámetro de 180mm y altura de 110mm, equipada con dos electrodos de 25mm de diámetro localizados en posiciones opuestas a una distancia de 25mm. El ánodo está constituido de un electrodo de 375 mm de longitud y 35 mm de diámetro construido en cobre, provisto de un micro horno consistente en un Thermocoax de puntas frías dispuesto sobre una lámina de cobre que aloja una termocupla tipo K y un controlador de temperatura Omega. Las descargas se realizaron utilizando Ar como gas de trabajo. Una fuente de potencia DC Kepto de alto voltaje controlada por un PC a través de una interface IEEE, proporciona la energía de descarga. La presión de crecimiento se controla por medio de una válvula de paso ultrasensible y una de cierre rápido marca Alcatel. El sistema de deposición se muestra en la (figura 1).



**Figura 1.** Sistema de pulverización catódica DC.

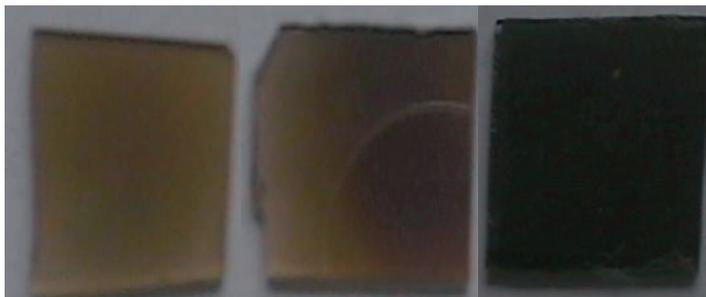
Para el crecimiento de películas delgadas el vacío inicial de la presión debe ser el más bajo posible, a fin de que los gases residuales interfieran lo menos posible en la atmósfera del sistema. Adicionalmente, la composición del gas residual antes de empezar el plasma debe contener la menor cantidad posible de hidrocarburos y vapor de agua, para garantizar una adecuada pureza y adherencia de las películas depositadas. A distancia más corta, la razón de crecimiento de las películas es mayor. Los procesos industriales se hacen a algunos milímetros de distancia, mientras procesos de investigación se hacen a distancias de hasta 20 centímetros.

Para la determinación del voltaje de ruptura, presión, distancia de separación elec-

tródica y voltaje de operación, se utilizaron las curvas de  $V_{rup} = f(PL)$ , dado que el voltaje de ruptura es una función del producto de la presión por la distancia inter-electródica (PL) (Paschen, 1889; Druyvesteyn y Penning, 1940). Los valores óptimos de deposición encontrados fueron:  $V = 400V$   $I = 50mA$   $P = 1.7$  mBar, distancia de separación electródica de 2 cm, con un cátodo de 2.5 cm de diámetro. Para el cálculo se utilizaron las siguientes ecuaciones (Stamate *et al.*, 1999):

$$PL' = P \left[ \frac{1 + \left(\frac{L_1}{R}\right)^2}{1 + \left(\frac{L_2}{R}\right)^2} \right]^{-1} \quad V_{rup} = V \left[ \frac{1 + \left(\frac{L_1}{R}\right)^2}{1 + \left(\frac{L_2}{R}\right)^2} \right]^{-1}$$

Con el propósito de establecer una ley de escala que permita medir espesores, se obtuvieron películas amorfas de composición general  $Nd_{0.257}Fe_{0.743}$  utilizando Ar como gas de presión, durante tiempos de  $t = 6, 12, y 24$  horas. La razón de deposición calculada fue de 50 nm/min, la presión de arrastre (base) fue de  $1.2 \times 10^{-4}$  Pa. Las películas se depositaron a una presión 1.7 mbar. Se calcularon la función de distribución electrónica (EDFs), iónica (IDFs), temperatura electrónica  $T_e$ , iónica  $T_i$ , la densidad electrónica  $\rho_e$ , y la densidad iónica  $\rho_i$ , utilizando el método de Langmuir en las curvas características  $IvsV$  de un sistema de sonda doble. El cuerpo de la sonda es de vidrio con un aislante de cerámica, los electrodos de la sonda son de Tungsteno por su alto punto de fusión, con un diámetro de 0.5mm y 7mm de longitud, y fueron colocados en un tubo cerámico de doble abertura a una distancia de 2 mm. Las densidades obtenidas fueron:  $\rho_e = 10^{10} \text{ cm}^{-3}$  y  $\rho_i = 10^8 \text{ cm}^{-3}$ , y temperaturas del orden de eV. En la figura 1 se muestran las películas obtenidas durante estos tiempos.



**Figura 1.** Películas de  $Tb_{0.257-x}Nd_xFe_{0.743}$  depositadas sobre vidrio Corning durante  $t = 12, 24, 36$  horas. La temperatura efectiva del electrón  $T_{eff}$ , densidad del plasma  $n$ , y el potencial espa-

cial, se determinaron de las medidas  $I_p(V)$  usando la técnica de Druyvesteyn (Hoegy *et al.*,1999). Diferenciando la característica de la sonda para obtener la EEDF se determinan  $T_{eff}$  y  $\eta$ , que corresponden a la integral de EEDF. El potencial del plasma hallado corresponde al cero, que es el punto de cruce de la segunda derivada de la corriente de la sonda.

Las curvas características de I-V obtenidas mediante la sonda se muestran en la figura 2. Así mismo, en ella se muestrala primera derivada de  $I_p'(V)$  a una presión de 1.7 Torr, y se determina el potencial del plasma (voltaje de la sonda donde la derivada es máxima). El potencial del plasma corresponde a un punto de inflexión situado antes que el punto de corte entre las líneas extrapoladas de la característica de la sonda. La expresión general para la temperatura electrónica, asumiendo la función de distribución electrónica Maxwelliana, y teniendo en cuenta la corriente de saturación y T en v, es (Stamate *et al.*, 1999; Hoegy *et al.*, 1999):

$$T_e = \left( \frac{I_1 I_2}{I_1 + I_2} \right) \left( \frac{dI}{dV} \right)^{-1}_{V=0} \quad , \text{la corriente de saturación es.} \quad I(V_s) = eA \varphi \left( \frac{T_e}{2\delta m_e} \right)^{1/2}$$

Para  $I_e(V_s)$  los valores obtenidos para la temperatura y densidad son:  $T_e = 18.13 \text{ eV}$   $T_i = 49.69 \text{ eV}$ ,  $\eta_i = 3.3 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$ ,  $\eta_e = 14.77 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$ . Con el uso de  $T_{eff}$  como una vía de cálculo se obtuvieron  $\eta_i = 14.77 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$   $\eta_e = 13.25 \times 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ . Todos estos valores son próximos al valor verdadero  $\eta = 8 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$  encontrado mediante la integración de la EEDF.

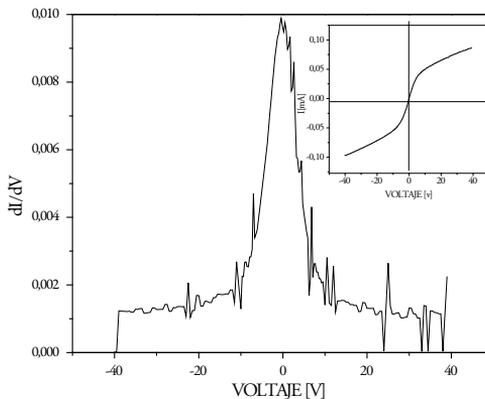


Figura 2.  $dI/dV$  de la característica I-V(recuadro)

### 3. CONCLUSIONES

El modelo utilizado para la caracterización de la cámara de vacío mediante las curvas de presión voltaje P-V mostró valores óptimos de separación electródica, presión y voltaje. En los valores característicos encontrados:  $V = 400V$ ,  $I = 50mA$ ,  $P = 1.7$  mBar, y distancia de separación electródica de 20 mm se obtuvo una descarga libre de avalancha y con la estabilidad deseada.

El método de sonda doble de Langmuir muestra ser un excelente método de caracterización del plasma, porque permite graficar las corrientes de saturación iónica y electrónica, y es sensible a cambios del potencial del plasma. Para  $I_e(V_s)$ , los valores obtenidos para la temperatura y densidad fueron:  $T_e = 18.13$  eV,  $T_i = 49.69$  eV,  $\eta_i = 3.3 \times 10^9$  cm<sup>-3</sup>,  $\eta_e = 14.77 \times 10^9$  cm<sup>-3</sup>. Con el uso de  $T_{eff}$  como una vía de cálculo se obtuvieron  $\eta_i = 14.77 \times 10^9$  cm<sup>-3</sup>,  $\eta_e = 13.25 \times 10^{11}$  cm<sup>-3</sup>. Todos estos valores son próximos al valor verdadero  $\eta = 8 \times 10^9$  cm<sup>-3</sup> encontrado mediante la integración de la EEDF.

### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Centro de Excelencia de Nuevos Materiales (CENM), y a la Universidad del Tolima por su colaboración en el desarrollo del proyecto 1248.

### BIBLIOGRAFÍA

Druyvesteyn M. J. y Penning F. M. (1940). The Mechanism of Electrical Discharges in Gases of Low Pressure. *Mod. Phys.*, 12: pp. 87 - 174.

Hoegy W. R. y Brace L.H. (1999). Use of Langmuir probes in non-Maxwellian space plasmas. *Rev. Sci. Instrum.*, 70: pp. 3015-3024.

Paschen, F. (1889). Ueber die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensäure bei Verschiedenen Drucken Erforderliche Potentialdifferenz. *Ann. Phys. Chem.*, V.3: pp. 69-96.

Stamate, E.; Popa, G. y Ohe, K. (1999). Test function for the determination of plasma parameters by electric probes. *Sci. Instrum.* 70: pp. 58-62. 

Referencia	Recepción	Aprobación
Rojas Martínez Y., Oyola Lozano D., Bustos Rodríguez H., Cardona Bedoya J. A., Pérez Alcázar G. Diseño y caracterización de un sistema de pulverización catódica DC para la deposición de películas delgadas de tierras raras y metales de transición. Revista <i>Tumbaga</i> (2009).	01/06/2009	05/09/2009