



Informe Técnico

Condiciones de depósito para la síntesis de películas de Al₂O₃ por erosión catódica en modo RF para su aplicación en pasivación de superficies metálicas reflejantes

Autores:

Alejandro Esparza García

Martín Briseño García

Selene Rubí Islas Sánchez

Enrique Francisco Pinzón Escobar

José Guadalupe Bañuelos Muñetón

Raúl Ruvalcaba Morales

Junio 2025

Proyecto Interno

Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología

Financiamiento interno

Condiciones de depósito para la síntesis de películas de Al₂O₃ por erosión catódica en modo RF para su aplicación en pasivación de superficies metálicas reflejantes

Autores

Alejandro Esparza García¹, Martín Briseño García¹, Selene Rubí Islas Sánchez¹, Enrique Francisco Pinzón Escobar¹, José Guadalupe Bañuelos Muñetón¹, Raúl Ruvalcaba Morales²

Afiliación

- (1) Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología ICAT-UNAM,
Departamento de Micro y Nanotecnología
- (2) Instituto de Ciencias Aplicadas y Tecnología ICAT-UNAM,
Departamento de Óptica, Microondas y Acústica

Resumen

Una importante aplicación de las películas de óxido de aluminio es la pasivación de superficies metálicas reflejantes (Sudipta y Mukul, 2021), las cuales deben tener una alta transparencia con el fin de interferir lo menos posible al paso de la luz. El objetivo de este trabajo es encontrar las condiciones de depósito bajo las cuales se obtienen películas de óxido de aluminio con altos valores de transmitancia por el método de erosión catódica (García *et al.*, 2016). Para la realización del presente trabajo se utilizó el sistema de vacío descrito y abordado en los informes técnicos MA-TECC-2013-344 y II-TECC-2018-500. Los depósitos se llevaron a cabo mediante la aplicación de una señal de radiofrecuencia y con la asistencia de un magnetrón de 3 pulgadas. Para la primera película se utilizó un blanco de óxido de aluminio y en atmósfera de argón, resultando en una película con alta resistencia y con baja transparencia, por lo que se procedió a añadir oxígeno durante el proceso, resultando en una película con un aumento considerable de la transparencia, aunque con un espesor por debajo del óptimo deseado. Posteriormente se obtuvo una tercera película de un blanco de aluminio, en atmósfera de argón y añadiendo oxígeno, de donde se obtuvo una película con baja resistencia eléctrica y poca transparencia, por lo que se procedió a aumentar el flujo de oxígeno, resultando en la obtención de una cuarta película muy resistiva, con una alta transparencia, y aunque el espesor disminuyó considerablemente, resultó mayor a los 300 nm (Henrique y de Andrade, 2014). De lo anterior se concluyó que el proceso llevado a cabo para la obtención de la cuarta película es la más recomendable para lograr el objetivo planteado.

Índice

Nomenclatura	4
Introducción	5
1. Erosión catódica	6
1.1. Procedimiento experimental	6
1.1.1. Depósitos con blanco de Al ₂ O ₃	8
1.1.2. Depósitos con blanco de Al	9
1.2. Caracterización	10
1.3. Resultados	11
Conclusiones	13
Referencias Bibliográficas	13

Nomenclatura

Símbolo	Significado
Al_2O_3	Óxido de Aluminio
\AA	Angstrom
Ar	Argón
ccm	Centímetros cúbicos por minuto
DC	Corriente Directa
min	minuto
nm	nanómetro
O_2	Molécula de oxígeno
RF	Radiofrecuencia
W	Watt

Introducción

Las películas delgadas de óxido de aluminio son conocidas por su aplicación en la pasivación de superficies metálicas protegiendo de la corrosión, y para el caso donde la superficie por proteger tiene la función de reflejar la luz, es de suma importancia que la película protectora permita el máximo paso de luz posible. El presente trabajo se enfoca en la búsqueda de las condiciones de depósito a través de las cuales se obtienen películas de óxido de aluminio que tengan una alta transparencia y espesores mayores a 300 nm. Las películas de óxido de aluminio depositadas por la técnica de erosión catódica se pueden llevar a cabo partiendo tanto de un blanco de óxido de aluminio, así como también mediante el uso de un blanco de aluminio en atmósfera de oxígeno. En el presente trabajo se presentan las características de cuatro muestras obtenidas en cuatro condiciones diferentes de depósito:

- 1) Muestra OA1 y muestra OA2 ambas se obtuvieron partiendo de un blanco de óxido de aluminio, en atmósfera de argón y en atmósfera de argón + oxígeno, respectivamente. Cabe señalar que la razón Argón/Oxígeno fue de 33.3/1.
- 2) Muestra OA3 y muestra OA4 ambas se obtuvieron partiendo de un blanco de aluminio, en una atmósfera de argón y oxígeno en una razón 33.3/1 y 27.7/1, respectivamente.

Se observó una dependencia de la transparencia con la concentración de oxígeno presente durante el proceso de depósito, esto ya que mientras OA1 presenta una baja transparencia, en OA2 se incrementó considerablemente. De la misma forma OA3 presentó una baja transparencia, mientras que OA4 presentó un importante aumento de su transparencia, aunque a diferencia de OA2, con un espesor relativamente reducido. Debido al gran cambio en la transparencia que resultó de una variación tan pequeña del oxígeno entre OA3 y OA4 resulta de difícil control; y aunado a eso, el que haya resultado en una disminución de su velocidad de depósito (pequeño espesor), se pudo concluir que el modo más conveniente para obtener películas con alta transparencia de óxido de aluminio es el que se llevó a cabo para obtener la muestra OA2; es decir, partiendo de un blanco de óxido de aluminio, en una atmósfera de argón y oxígeno a una razón de 33.3/1.

1. Erosión catódica

La erosión catódica es una técnica utilizada para el depósito físico en fase vapor de películas delgadas de una gran variedad de materiales conductores, semiconductores y dieléctricos. La erosión catódica consiste básicamente en el bombardeo con iones energéticos de argón sobre la superficie de un material llamado blanco, donde como resultado de dichas colisiones energéticas se genera un desprendimiento de material en forma de vapor, el cual al ser liberado se dirige en todas direcciones hasta depositarse en alguna superficie por condensación (sustrato).

Los iones de argón son generados mediante la aplicación de un voltaje (DC o RF) entre el blanco y el sustrato, donde debido al campo eléctrico generado, los iones son acelerados hacia el blanco hasta colisionar con su superficie.

La erosión catódica es un proceso que se lleva a cabo dentro de una cámara de vacío, en una atmósfera de argón a presiones que van entre 0.1 y 0.0005 mBares. El proceso de erosión catódica se puede llevar a cabo en atmósferas de argón, así como también en una atmósfera de argón y oxígeno, entre otras. La adición de oxígeno durante el proceso de erosión catódica afecta las características de la película resultante, siendo en nuestro caso la transparencia a la luz visible la que más resulta de interés para el desarrollo del presente trabajo.

Las películas delgadas de óxido de aluminio son conocidas por su propiedad de alta transparencia a la luz visible y alta resistencia a la corrosión, por lo que es altamente usada para la pasivación de superficies, y en particular para la protección de superficies metálicas reflejantes. En el presente trabajo se buscan las condiciones de depósito para la obtención de películas de óxido de aluminio que presenten alta transmitancia con espesores por arriba de 300 nm.

1.1 Procedimiento experimental

Las muestras analizadas se llevaron a cabo por el método de erosión catódica asistido por magnetrón en modo RF en el sistema de vacío descrito en los informes técnicos MA-TECC-2013-344 y II-TECC-2018-500. Se utilizó un blanco de óxido de aluminio marca K. J. Lesker de 99.99% de pureza. Se utilizó también un blanco de aluminio, el

cual se fabricó en la Sección de Prototipos del ICAT; ambos blancos de 3 pulgadas de diámetro y 1/8 de pulgada de espesor,

El ingreso de argón se realizó a través de una válvula de aguja de baja presión Swagelok de acero inoxidable con sello metálico (figura 1), mientras que el ingreso de oxígeno se llevó a cabo mediante un sistema de control de flujo de masas, que consiste en un controlador de masas MKS 1159B y una fuente de alimentación o lector de salida MKS 247C (figura 2). Se usaron portaobjetos Corning como sustratos, los cuales fueron sometidos a una limpieza en una tina ultrasónica sumergidas en una solución jabonosa Extrán por 5 minutos, y posteriormente enjuagadas en la tina ultrasónica en agua tridestilada por 5 minutos, para finalmente ser secadas con aire comprimido.



Figura 1. Válvula de aguja de baja presión Swagelok.(Elaboración propia)



a)



b)

Figura 2. Sistema de control de flujo de gases: a) Controlador de flujo, b) Fuente alimentación (Elaboración propia)

En la tabla I se pueden ver las condiciones de depósito y los espesores obtenidos para cada una de las muestras. Las condiciones de depósito se establecieron con base en el objetivo principal del presente trabajo; es decir, obtener películas de óxido de aluminio que cuenten con una alta transparencia y espesores mayores a 300 nm.

Una vez que la muestra se sujetó al porta-sustratos, se procedió a cerrar la cámara y mediante el proceso descrito en el informe MA-TECC-2013-344 se llevó a cabo el proceso para la obtención de vacío.

Tabla 1. Condiciones de depósito de las cuatro muestras obtenidas (Elaboración propia)

Muestra	Blanco	Presión (mBar)	Potencia RF (W)	Tiempo (min)	Ar / O ₂	Espesor (Å)
OA1	Al ₂ O ₃	0.0015	175	90	N.A.	3,287
OA2		0.0015	175	90	100 / 1	1,203
OA3	Aluminio	0.00059	178	90	33.3 / 1	16,675
OA4		0.00059	178	90	27.7 / 1	3,354

1.1.1 Depósitos con blanco de óxido de aluminio

El trabajo se inició llevando a cabo un primer depósito partiendo de un blanco de óxido de aluminio en atmósfera de argón, bajo las condiciones descritas en la tabla 1; es decir, se permite el ingreso de argón hasta llegar a una presión de 0.0015 mBares, y en seguida se coloca un obturador frente al blanco con el fin de evitar que se deposite material alguno sobre el sustrato, esto mientras no se tengan las condiciones de depósito requeridas. Posteriormente se aplica una potencia de 175 Watts durante 90 minutos, obteniendo la muestra OA1, la cual a simple vista presenta una baja transparencia a la luz visible (figuras 3 y 4), y un espesor superior a los 300 nm (tabla 1). En seguida se procedió a llevar a cabo un segundo depósito, pero ahora permitiendo el ingreso de oxígeno durante el depósito. Cabe señalar que el sistema mediante el cual se ingresa y se controla el flujo de oxígeno cuenta con un límite mínimo de 1.5 centímetros cúbicos por minuto (ccm). Una vez más se coloca el obturador frente al blanco, que permanecerá en esa posición hasta que se tenga la atmósfera requerida

para el proceso de depósito. Se permite el ingreso necesario de argón para generar una presión de 0.0015 mBares, después de lo cual se enciende el generador de RF y se aplica una potencia de 175 Watts, generando de esta manera el plasma entre los dos electrodos. Posteriormente se permite el ingreso de 1.5 ccm de oxígeno generando una atmósfera con una razón de argón y oxígeno de 100/1 (tabla 1). Con la atmósfera resultante y las demás condiciones de depósito establecidas (tabla 1), se obtuvo la muestra OA2, la cual a simple vista se puede ver que presenta un considerable aumento de la transparencia en comparación con OA1 (figura 4), y una considerable disminución del espesor (ver la tabla 1), muy por debajo de los 300 Å requeridos, por lo que se decidió no llevar a cabo depósitos extras con flujos de oxígeno por arriba de 1.5 ccm, lo que probablemente no se ganaría mucho en transparencia, pero sí se perdería espesor.



Figura 3. En la imagen se puede ver que OA1 tiene una ligera transparencia mientras que OA3 es reflejante (Elaboración propia)

1.1.2 Depósitos con blanco de aluminio

Una vez colocado el blanco de aluminio y dado que no es el objetivo del trabajo obtener películas metálicas de aluminio, no se consideró la posibilidad de llevar a cabo

depósitos en atmósfera de argón sin oxígeno, por lo que se procedió a realizar el proceso de depósito en una atmósfera de argón y con el mínimo ingreso posible de oxígeno; es decir, con una razón de argón y oxígeno de 33.3/1. De forma análoga al proceso llevado a cabo para obtener la muestra OA1, se depositó la muestra OA3, pero con una presión de argón de 0.00059 mBares, la cual como puede verse a simple vista en las figuras 3 y 4, presentó una baja transparencia, con un espesor muy por arriba a lo mínimo requerido (Tabla 1). Debido a su baja transparencia se procedió a llevar a cabo otro depósito aumentando el ingreso de oxígeno a 1.8 ccm, resultando en una razón de argón y oxígeno de 27.7/1. Con dichas condiciones se obtuvo la muestra OA4, en la cual como puede verse se logró un considerable aumento de la transparencia; y aunque disminuyó el espesor, éste quedó por arriba de los 300 nm.

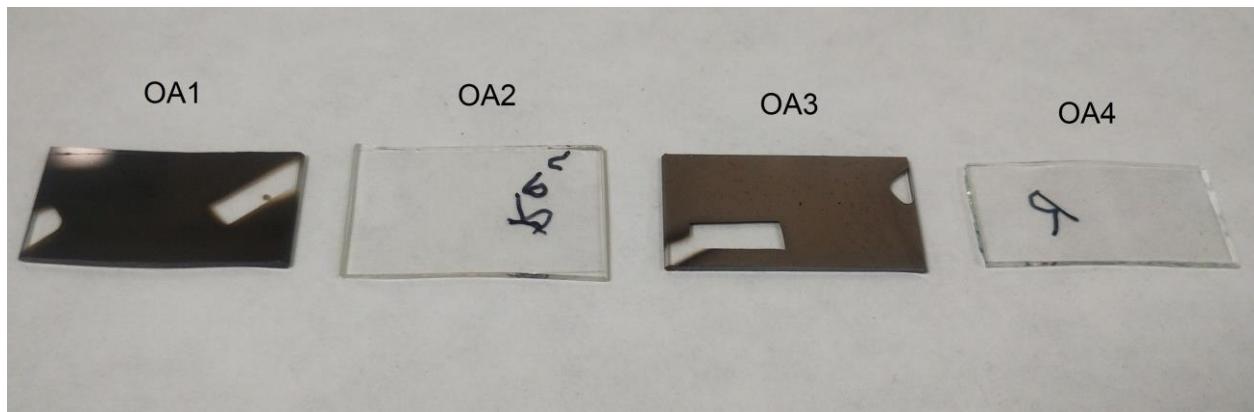


Figura 4. Imagen de las muestras OA1, OA2, OA3 y OA4 que muestra la diferencia de opacidad entre ellas (Elaboración propia)

1.2 Caracterización

La caracterización óptica se llevó a cabo mediante la técnica UV-Vis con el fin de obtener la transmitancia de cada una de las muestras. Se utilizó un espectrofotómetro Cary 5000 UV-Vis-NIR, el cual se encargó de medir la cantidad de luz que las muestras transmiten en las regiones ultravioleta y visible del espectro electromagnético.

La caracterización eléctrica se llevó a cabo con un analizador de semiconductores Keithley 4200 SCS, en el cual se utilizó la técnica de cuatro puntas que consiste en colocar linealmente cuatro sondas sobre el material, a través de las sondas externas se

hace pasar una corriente I , mientras que en las sondas internas se lleva a cabo la medición del voltaje generado. La resistencia del material se obtiene de calcular la pendiente de la curva generada al graficar los valores de corriente y voltaje (ley de ohm).

La medición de los espesores de cada una de las muestras se llevó a cabo mediante el uso de un perfilómetro Dektak IIA. En general el funcionamiento del perfilómetro consiste en el desplazamiento de una punta de diamante sobre una superficie determinada, detectando en su movimiento diferencias de altura y generando finalmente un perfil, por lo que resulta una técnica muy utilizada para medir espesores de películas delgadas.

1.3 Resultados

La muestra OA1 presenta una baja transmitancia, la cual es debida a la pérdida de oxígeno durante el proceso de depósito, lo cual concuerda con el aumento de la transmitancia al ingresar oxígeno durante el proceso de depósito de la muestra OA2. Además, las mediciones de perfilometría muestran la disminución de la velocidad de depósito con el ingreso de oxígeno durante el proceso de depósito, esto aun cuando la cantidad de oxígeno ingresada fue la mínima posible.

En lo que respecta a las muestras OA3 y OA4, las cuales se llevaron a cabo partiendo de un blanco de aluminio, la caracterización por UV-Vis muestra que, aun ingresando oxígeno durante el proceso, la película OA3 presenta una transmitancia baja, incluso es la más baja de todas., en contraste es la que obtuvo más espesor. Se obtuvo un considerable incremento de la transmitancia cuando el flujo de oxígeno aumenta de 1.5 ccm a 1.8 ccm. Otro factor que se vio afectado por el aumento en el flujo de oxígeno, fue la velocidad de depósito, ya que como puede verse en la tabla 1 el espesor disminuyó considerablemente de OA3 a OA4 aunque por arriba de los 300 nm.

En la figura 4 se puede ver la diferencia en opacidad entre las muestras OA1 y OA4; esto a pesar de que tienen espesores semejantes; mientras que en la figura 5 se puede ver la diferencia en la transmitancia de estas dos muestras.

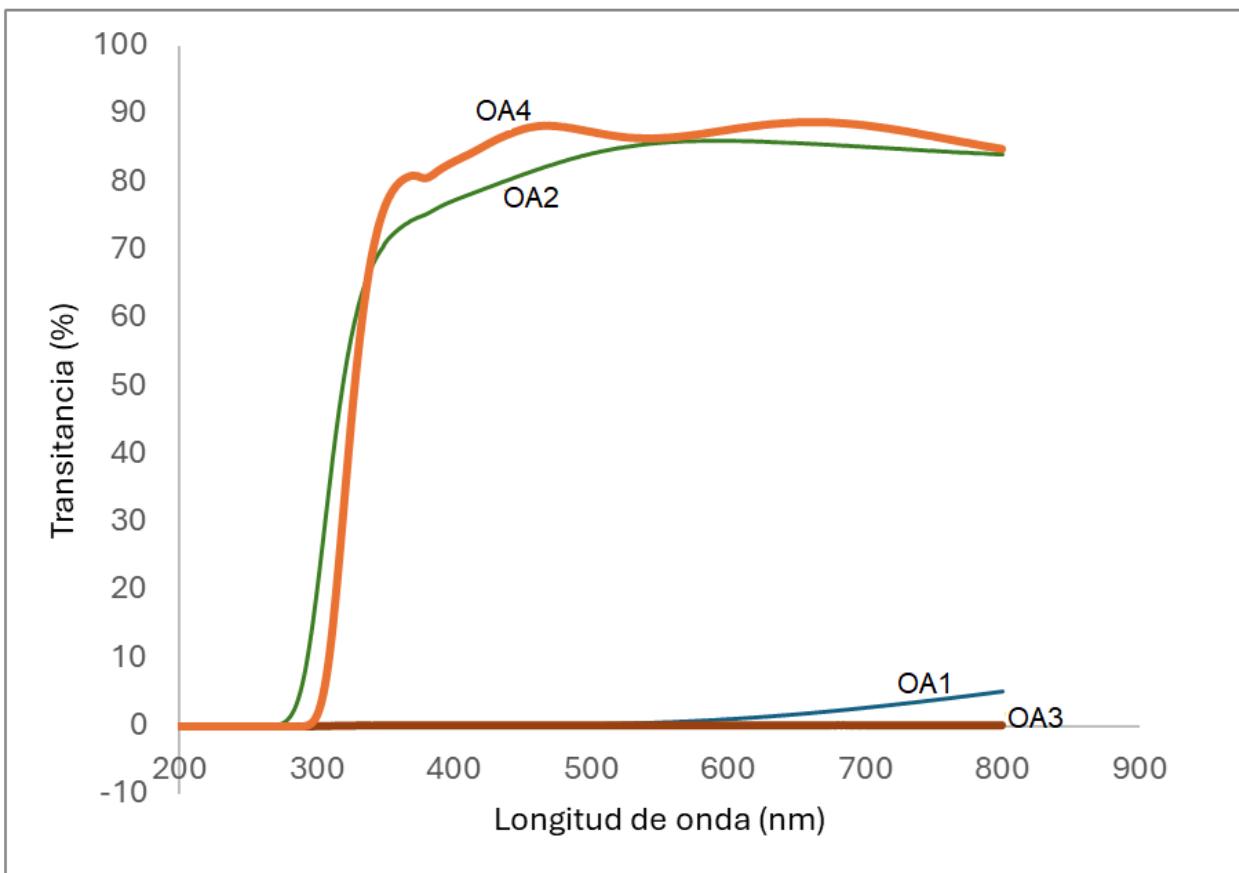


Figura 5. Espectros UV-Vis (Elaboración propia)

Con la caracterización eléctrica se midieron los valores de resistencia de las 4 muestras, los cuales pueden verse en la tabla 2. Las muestras OA1 y OA3 presentan los valores más bajos de resistencia; esto concuerda con que dichas muestras son presentan menor valor de transmitancia, y menor valor de oxidación. Cabe señalar que de éstas dos, la muestra OA3 es la que cuenta con menor valor de resistencia eléctrica y menor valor de transmitancia, lo cual resulta congruente si tomamos en cuenta que para su síntesis se partió de un blanco de aluminio de alta pureza. En la figura 4, OA1 y OA3 se pueden identificar por ser las muestras con mayor opacidad. En la tabla 2 se puede ver que las muestras OA2 y OA4 presentan los valores más altos de resistencia eléctrica; las cuales presentan a su vez, los valores más altos de transmitancia (figura 5). Finalmente cabe señalar que la muestra OA4 es la que presenta mayor resistencia eléctrica y mayor transmitancia, lo cual tiene congruencia con el hecho de que para su

síntesis se partió de un blanco de óxido de aluminio y aunado a eso se ingresó oxígeno durante el proceso de depósito.

Tabla 2. Caracterización eléctrica (Elaboración propia)

Muestra	Resistencia (Ohms)
OA1	57.6x10 ³
OA2	89.5x10 ⁹
OA3	1.24
OA4	87.8x10 ⁹

Conclusiones

Las mejores condiciones para sintetizar películas de óxido de aluminio que tengan aplicación en la pasivación de superficies metálicas reflejantes son las elegidas para obtener la película OA4.

El exceso de oxígeno en la atmósfera de depósito disminuye la velocidad de depósito.

Referencias Bibliográficas

García Valenzuela J.A., Rivera R., Morales Vilches A.B., Gerling L.G., Caballero A., Asensi J.M., Voz C., Bertomeu J., Andreu J., (2016) “Main properties of Al₂O₃ thin films deposited by magnetron sputtering of an Al₂O₃ ceramic target at different radio-frequency and argon pressure and their passivation effect on p-type c-Si wafers”, Thin Solid Films, 619(1), pp. 288-296.

Henrique Borato M., de Andrade Scalvi L.V., (2014) “Deposition of Al₂O₃ by resistive evaporation and thermal oxidation of Al to be applied as a transparent FET insulating layer”, Ceramics International, 40(2) pp. 3785-3791.

Sudipta Banerjee & Mukul K. Das, (2021) “A review of Al₂O₃ as surface passivation material with relevant process technologies on c-Si solar cell”, Optical and Quantum Electronics, 53(1), article 60.